

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
"КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
ІМЕНІ ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО"
МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
"КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
ІМЕНІ ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО"

Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису

Мініцький Анатолій Вячеславович

ДИСЕРТАЦІЯ

**СТВОРЕННЯ ФІЗИКО-ТЕХНОЛОГІЧНИХ ОСНОВ ВИГОТОВЛЕННЯ
ВИСОКОЦІЛЬНИХ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ**

УДК 621.762.4.04

Спеціальність 05.16.06 - Порошкова металургія та композиційні матеріали

Подається на здобуття наукового
ступеня доктора технічних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей,
результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

_____ Мініцький А.В.

Науковий консультант
Чл.-кор НАН України, доктор технічних наук, професор,
Лобода Петро Іванович

Київ 2020

Анотація

Мініцький А.В. Створення фізико-технологічних основ виготовлення високощільних порошкових матеріалів – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.16.06 – «Порошкова металургія та композиційні матеріали» – (05 – Технічні науки). – Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського", Київ, 2020.

Дисертація присвячена вирішенню важливої науково-технічної проблеми розробки та виготовлення високощільних економнолегованих порошкових матеріалів на основі заліза з високими фізико-механічними характеристиками для роботи в екстремальних умовах експлуатації.

Проведено комплексні дослідження процесу плакування залізного порошку міддю та кобальтом та встановлено залежність фізичних та технологічних характеристик порошку від товщини плівки покриття. Встановлено основні параметри, що впливають на процес осадження покриттів на частинки залізного порошку. Показано, що основними факторами, які впливають на протікання реакції осадження металеві плівки міді та кобальту на поверхню частинок залізу, є концентрація компонентів розчину, а також кінетика процесу осадження. Встановлено можливість регулювання товщини покриття (в діапазоні 12 – 20 мкм) шляхом зміни кінетики осадження.

Проаналізовано процес ущільнення композиційних залізних порошків в умовах статичного пресування за допомогою математичних рівнянь, що описують залежності щільності від тиску пресування. Підтверджено, що характер ущільнення композиційних порошків відрізняється від

ущільнення однокомпонентного залізного порошку, що обумовлено зміною пластичності поверхневого шару порошків при деформації.

Показано можливість створення матеріалів електротехнічного призначення на основі композиційних порошків системи Fe – Co з високою щільністю та високими значеннями магнітних характеристик при низьких загальних втратах при перемагнічуванні на рівні 19 – 21 Вт/кг, що дозволяє використовувати матеріали для виробництва магнітопроводів, що працюють у постійних та змінних полях промислової частоти.

Досліджено вплив умов навантаження, природи та фізичних властивостей порошків на ступінь ущільнення під час пресування. Досліджено процес допресування порошкових систем в умовах статичного пресування та виявлено основні фактори, що впливають на ефективність процесу ущільнення пресовок. Встановлено, що допресування сумішей залізо – графіт призводить до підвищення міцності пресовок в 5 разів, що обумовлено як підвищенням щільності так і зростанням площі контактів залізо – залізо.

Запропонована альтернативна методика визначення ущільненості, що дозволяє виявити повний резерв ущільненості порошкових систем. Дана методика наближена до реальних умов пресування та може бути необхідною при розробці промислових процесів пресування порошків.

Встановлено можливість виготовлення довгомірних заготовок методом статичного пресування та допресування порошкових сумішей із крихких та пластичних матеріалів, в тому числі твердих сплавів ВК та КХН. Досліджено процес допресування порошку заліза в умовах всебічного стискання в камері високого тиску та встановлено, що ущільнення пресовки залежить від внутрішнього тертя частинок та величини зусилля у осьовому та радіальному напрямку, що визначає відмінність структури на периферії та центральній частині пресовки.

На підставі встановлених закономірностей показано ефективність застосування допресування для створення порошкових магнітно-м'яких матеріалів на основі заліза з високим вмістом кремнію.

Вперше показано ефективність отримання високощільних та високоміцних порошкових матеріалів на основі заліза вільним осадженням, що обумовлено вкладом деформацій зсуву в процес ущільнення. Показана доцільність доущільнення вільним осадженням багат шарових брикетів на прикладі залізграфітових зразків з різним вмістом графіту в шарах, що забезпечує градієнт властивостей.

Показано, що вільне осадження відпалених брикетів приводить до підвищення їх щільності, яка залежить від температури. Зниження деформації брикетів на основі заліза нагрітих у графіті при 800 °С обумовлено їх науглецюванням при нагріві, що приводить до їх зміцнення через розчинення вуглецю в залізі. Встановлено, що утворення тріщин в периферійній зоні брикетів, підданих осадженню при кімнатній температурі, усувається шляхом розміщення брикетів у сталевій обичайці і відповідно, проведенням їх сумісного осадження.

Показано, що вільне осадження дозволяє отримати компактні заготовки в тому числі із крихких матеріалів (гідриду титану) із зміною структурних складових залежно від зони деформації. При цьому спостерігається градієнт фізико-механічних властивостей матеріалу пресовки після осадження.

Досліджено вплив термдеформаційного оброблення на процеси ущільнення, фазовий склад, мікроструктуру та властивості порошкових матеріалів. Показано, що гаряче вільне кування порошкових систем може використовуватись для розширення номенклатури рецептур композитів із порошків металів та металокераміки. Встановлено механізми збільшення фізико-механічних властивостей порошкових матеріалів на основі залізу

при вільному гарячому куванні, а саме розчинення вуглецю в залізі, зниження загальної пористості, усунення міжчастинкових пор і подрібнення зерен матеріалу при зсувній деформації. Встановлено, що використання сталеві обичайки дозволяє розширити номенклатуру порошків і порошкових композицій без їх руйнування при ущільненні гарячим куванням, що обумовлено високою взаємною адгезією зерен різного складу та дифузійним зв'язком у нових контактних зонах після кування.

Результати досліджень показали перспективність переробки відходів металообробки із стружки ШХ-15 з використанням вільного гарячого кування із попереднім осадженням порошкових брикетів. Створено беспористі композити на основі стружки ШХ-15 із добавками різних компонентів з високою міцністю (1600 – 1700 МПа) та пластичністю.

Встановлено, що застосування локального поверхневого термічного оброблення спечених і кованих порошкових матеріалів дозволяє отримувати високу поверхневу твердість, особливо для сплавів з вмістом вуглецю 3,5 – 4,5 %, що обумовлено структурною неоднорідністю отриманих матеріалів в результаті високої швидкості поверхневої термічної обробки.

Досліджено вплив хімічної та структурної досконалості пресовок на механічні властивості економнолегованих сталей та композитів. Вперше встановлено вплив типу пористої 3D каркасної структури, а саме орієнтацію елементарних комірок, на характер деформації матеріалів. Результати випробувань механічних характеристик 3 D пористих залізних каркасів, показало, що орієнтація елементарних комірок в об'ємі матеріалу, визначає відмінність значень меж пропорційності, плинності, модуля пружності та ударної в'язкості. Відмінність характеристик обумовлено характером деформації каркасів: при умові дискретної (поступової)

деформації утворюючих комірок, можна забезпечити високі механічні характеристики матеріалів з великою роботою деформації.

Встановлено, що після інфільтрації композит не наслідуює залежність механічних властивостей пористих каркасів від типу орієнтації комірок. Так, для просочених каркасів найбільші значення міцності спостерігаються для 3 D каркасів, що мають складну орієнтацію елементарних комірок, а саме їх розташування до осей x та z під кутом 45° . Складна орієнтація елементарних комірок забезпечує в'язкий механізм руйнування матеріалів, що обумовлено кращою адгезією алюмінію до залізного каркасу та результатом дії дотичних напружень при руйнуванні по схемі зсуву.

Досліджено процеси інфільтрації пористих залізних каркасів отриманих методами порошкової металургії, в тому числі із застосуванням технологій 3D друку, розплавом на основі алюмінію в умовах градієнту тиску. Встановлено мінімальний розмір пор (400 мкм), що забезпечують повне заповнення пористого каркасу розплавом на основі алюмінію. Показано можливість створення композитів системи залізо–алюміній без утворення хімічних сполук. Відсутність хімічних сполук в системі Fe–Al в умовах просочування, пояснюється кінетикою процесу, час просочування не перевищує декілька секунд, через що компоненти не встигають прореагувати між собою. Дослідження механічних властивостей біметалевих матеріалів показало, що завдяки обичайці із пластичного алюмінію, зразки деформуються при значно більших навантаженнях із досягненням міцності 745 - 750 МПа. Встановлено вплив допресування на збільшення механічних властивостей композитів на основі 3D каркасів, що пояснюється декількома причинами: перша – при допресовці відбувається деформаційне зміцнення алюмінію, друга – допресовка прибирає пустоти між каркасом і алюмінієм, третя - допресовка приводить до стоншення і фрагментації інтерметалідного прошарку на границі між залізним каркасом

і алюмінієм. Відпрацьовано технологію створення вольфрам мідних сплавів із відходів металообробки у вигляді стружки. Показано можливість створення беспористих композитів шляхом інфільтрації міддю пористих каркасів сплаву ВНЖ. Отримані композити можуть бути використанні при створенні сильно струмових контактів із відходів металообробки, що значно здешевлює такі матеріали.

В рамках дисертаційної роботи створено порошкові матеріали, що можуть широко використовуватися в якості конструкційних, триботехнічних, електротехнічних та матеріалів спеціального призначення. Розроблені магнітні матеріали на основі композиційних порошків для роботи у змінних полях промислової частоти, що мають низки втрати при перемагнічуванні при збереженні високих значень магнітних характеристик. Розроблено матеріали для високоструменевих контактів на основі відходів металообробки важких сплавів просочених міддю, що мають ерозійну стійкість на рівні промислових псевдо сплавів. Відпрацьовано технологію отримання твердосплавних сердечників, що пройшли балістичні випробування, які підтвердили, що розроблені сердечники можуть застосовуватись для виробництва бронебійних боєприпасів стрілецької зброї.

Ключові слова: порошкові матеріали, композиційні порошки, пресування, ущільнення, допресування, пористість, термдеформаційне оброблення, вільне кування, осадження, інфільтрація, 3D друк, пористі каркаси, відходи металообробки

Summary

Minitsky A.V. Development of physical and technological basics for production of high-density powder materials– Manuscript of qualification scientific work.

The dissertation for the degree of Doctor of Technical Sciences in specialty 05.16.06 – “Powder metallurgy and composite materials” – (05 – Technical Sciences). – National Technical University of Ukraine “Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute”, Kyiv, 2020.

The dissertation is devoted to the solution of an important scientific and technical problem of development and manufacturing of high-density economically alloyed powder materials on the basis of iron with high physical and mechanical characteristics for application under extreme conditions of operation.

Comprehensive studies of the plating process of iron powders by copper and cobalt are conducted, and the dependence of physical and technological characteristics of the powders on the coating film thickness is found out. The main parameters which affect the process of deposition of the coatings on iron powder particles are determined. It is shown that the main factors influencing the reaction of deposition of a metal film of copper and cobalt on the surface of iron particles are the concentration of the components in the solution, as well as the kinetics of the deposition process. The possibility to control the coating thickness (in the range of 12–20 μm) by changing the deposition kinetics is found out.

The process of compaction of composite iron powders in the conditions of static pressing is analyzed by means of the mathematical equations which describe the density dependences on the pressure of compaction. It is confirmed that the nature of the compaction of composite powders differs from the compaction of one-component iron powder due to the change in the plasticity of the surface layers of the powders under deformation.

The possibility of fabrication of materials for electrotechnical application on the base of composite powders of the Fe–Co system with high density and high magnetic characteristics with low total losses upon magnetization reversal at a level of 19–21 W/kg is shown, that allows to use the materials for production of magnetic circuits designed for operation in both constant and variable fields of industrial frequency.

The influence of loading conditions, nature and physical properties of the powders on the degree of compaction during pressing is studied. The process of second compaction of the powder systems in the conditions of static pressing is investigated, and the main factors affecting the efficiency of compact densification are revealed. It is found out that the second compaction of iron–graphite mixes enhances the strength of the compacts by 5 times, that is caused both by higher density and increase in the surface area of iron–iron contacts.

An alternative method for determining the densification is proposed, which allows to find out the full reserve for the densification of powder systems. This technique is close to the real conditions of pressing and may be needed for the development of industrial processes for powder compaction.

The possibility of manufacturing long semi-products by static pressing and second compaction of powder mixtures of brittle and ductile materials, including hard alloys WC-Co and $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}$, is found out. The process of second compaction of iron powders under conditions of triaxial compression in a high-pressure chamber is investigated; it is found out that the compact densification depends on the internal friction of particles and the forces in the axial and radial directions, which determines the difference of structure on the sides and in the center of compact.

Basing on the found regularities, the efficiency of application of the second compaction for manufacturing the Fe-based powder soft magnetic materials with high silicon content of is shown.

For the first time, the efficiency of obtaining high-density and high-strength Fe-based powder materials by free deposition is shown, which is explained by the contribution of shear deformations into the densification process. The expediency of additional densification by free deposition of multilayer briquettes on the example of iron-graphite samples with different content of graphite in layers is shown, which provides a gradient of properties.

The free deposition of annealed briquettes is shown to increase their density which depends on the temperature. The reduction of deformation of Fe-based briquettes heated in graphite at 800⁰C is caused by their cementation during heating, that leads to their strengthening due to the dissolution of carbon in iron. It is determined that the cracking of the briquettes in the lateral zone under deposition at room temperature is eliminated by placing the briquettes in a steel shell and, accordingly, by their mutual deposition.

It is shown that free deposition allows to obtain compact semi-products, including those from brittle materials (titanium hydride), with a change in structural components depending on the deformation zone. Thus, a gradient of physical and mechanical properties of compacted material after deposition is observed.

The effect of thermomechanical treatment on the densification processes, phase composition, microstructure and properties of powder materials is investigated. It is shown that hot free forging of powder systems can be used to expand the range of composites from metal and cermet powders. The mechanisms of enhancing the physical and mechanical properties of Fe-based powder materials during free hot forging are determined: the dissolution of carbon in iron, reduction of total porosity, elimination of inter particle pores, and refinement of grains upon shear deformation of the material. It is found out that the use of steel shell allows to expand the range of powders and powder compositions without their destruction during densification by hot forging, due to

high mutual adhesion of grains of different compositions and diffusion bonding in the new contact zones after forging.

The results of research showed the prospects of processing metal waste from shavings of 'IIIX-15' steel using free hot forging with previous deposition of powder briquettes. Non-porous composites based on 'IIIX-15' shavings and various components added with high strength (1600–1700 MPa) and ductility have been fabricated.

It is found out the use of local surface heat treatment of sintered and forged powder materials allows to obtain high surface hardness, especially for alloys with a carbon content of 3.5–4.5%, due to the structural heterogeneity of the obtained materials as a result of rapid surface heat treatment.

The influence of chemical and structural perfection of compacts on the mechanical properties of economically alloyed steels and composites is investigated. For the first time, the influence of the type of porous 3D frame structure, namely the orientation of unit cells, on the nature of deformation of materials is determined. The results of mechanical tests of 3D porous iron frames showed that the orientation of unit cells in the bulk of the material determines the difference between the values of the limits of proportionality and plastic flow, elastic modulus, and impact toughness. The difference in these characteristics is due to the nature of deformation of the frames: under the condition of discrete (gradual) deformation of the forming cells, it is possible to ensure high mechanical characteristics of materials with high work of deformation.

It is determined that after infiltration the composite does not inherit the dependence of mechanical properties of porous frames on the type of cell orientations. For instance, in infiltrated frames the highest levels of strength are observed for 3D frames with a complex orientation of unit cells, namely their orientation to the Ox and Oz axes at an angle of 45^0 . The complex orientation of unit cells provides viscous mechanism of fracture due to better adhesion of

aluminum to the iron frame, as well as the action of tangential stresses during fracture by shear mode.

The processes of infiltration of porous iron frames produced by powder metallurgy methods (including 3D printing technologies) by Al-based melt under conditions with a pressure gradient are studied. The minimum size of pores (400 μm), which provides full filling of a porous framework with Al-based melt, is determined. The possibility of producing composites of the iron-aluminum system without the formation of chemical compounds is shown. The absence of chemical compounds in the Fe–Al system under infiltration conditions is explained by the process kinetics, when the infiltration time does not exceed a few seconds, and therefore the components do not have time to react with each other. The study of the mechanical properties of bimetallic materials showed that due to the shell of ductile aluminum the samples were deformed at much higher loads with a strength up to 745–750 MPa. The effect of the second compaction on the enhancement of mechanical properties of composites based on 3D frames is determined, which is explained by several reasons: deformation hardening of aluminum during the second compaction, the second compaction removes voids between the frame and aluminum, and the second compaction leads to thinning and fragmentation of the intermetallic layer at the boundary between the iron frame and aluminum. The technology of producing tungsten-copper alloys from metalworking waste in the form of shavings is developed. The possibility of producing non-porous composites by copper infiltration of porous frames from W-Ni-Fe alloy is shown. The obtained composites can be used for high-current contacts from metal waste, which significantly reduces the cost of these materials.

As a part of the dissertation, powder materials have been developed and fabricated that can be widely used as structural, tribotechnical, electrical and special purpose materials. Magnetic materials based on the composite powders

have been developed for operation in alternating fields of industrial frequency, which have low losses upon magnetization reversal and at the same time retain high magnetic characteristics. The materials for high-current contacts based on metalworking waste of heavy alloys infiltrated by copper with erosion resistance at the level of industrial pseudo-alloys have been developed. A technology of producing carbide cores is worked out; these cores passed ballistic tests which confirmed that they can be used for the production of armor-piercing ammunition for small arms.

Key words: powder materials, composite powders, compaction, densification, second compaction, porosity, thermomechanical treatment, free forging, deposition, infiltration, 3D printing, porous frames, metalworking waste.

Основні результати дисертаційної роботи викладено в таких публікаціях:

1. Мініцький А.В. Вплив типу порошку та кількості зв'язувального на магнітні властивості матеріалу на основі залізу // *Вісник СумДУ. Серія «Технічні науки»*, 2010 – №4 – с. 150–153 *Особистий внесок здобувача:* отримання композитів на основі заліза, дослідження магнітних властивостей та структури матеріалів, аналіз та опис результатів

2. Мініцький А.В., Власова О.В., Мініцька Н.В. Основні тенденції розвитку порошкових магнітно-м'яких матеріалів // *Процеси механічної обробки в машинобудуванні. Збірник наукових праць*. 2010, - № 9, - С.3-18. *Особистий внесок здобувача:* проаналізовано розвиток порошкових матеріалів на основі композиційних порошоків

3. Мініцький А.В. Розробка композиційних порошкових матеріалів електротехнічного призначення // *Фізика і хімія твердого тіла*, 2014 –Т.15 – №4 – С.818–821 *Особистий внесок здобувача:* отримання порошкових магнітно-м'яких матеріалів із композиційних порошоків, вивчення структури та магнітних властивостей матеріалів, аналіз та опис результатів

4. Мініцький А.В., Власова О.В., Панасюк О.А., Мініцька Н.В. Отримання композиційних залізних порошків із покриттям нікель-фосфору для виготовлення магнітних матеріалів // *Вісник Кременчуцького національного університету ім.. М. Остроградського*. 2011, - Випуск 2(67), -ч.1., -С.79-82. *Особистий внесок здобувача*: отримання порошкових магнітно-м'яких матеріалів із композиційних порошків, вивчення структури та магнітних властивостей матеріалів

5. Мініцький А.В., Власова О.В., Мініцька Н.В., Закономірності структуроутворення порошкових сплавів на основі міді електротехнічного призначення // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2011 – т. 33. – с. 315–321 *Особистий внесок здобувача*: дослідження структури та електричних властивостей матеріалів (*входить до наукометричної бази даних Scopus*)

6. Власова О.В., Панасюк О.А., Апининская Л.М., Миницкий А.В., Вергелес Н.М., Затовский В.Г., Грипачевский А.Н., Куровский В.Я. Порошковые композиционные магнитомягкие материалы для электротехнической промышленности // *Электрические контакты и электроды: Труды Института пробл. Материаловедения И.Н. Францевича НАН Украины. Серия «Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия»*. Редкол. Минакова Р.В. (отв.ред) и др.– Киев, 2012.–с.101–107 *Особистий внесок здобувача*: отримання порошкових магнітно-м'яких матеріалів із композиційних порошків, вивчення структури та магнітних властивостей матеріалів

7. Мініцький А.В., Власова О.В., Панасюк О.А. Магнітні та фізико-технологічні властивості залізного порошку з кобальт-фосфорним покриттям // *Металознавство та обробка металів*, 2009 – №3, с.48-52. *Особистий внесок здобувача*: дослідження кінетики процесу хімічного осадження покриття кобальту на залізний порошок

8. Мініцький А.В., Власова О.В., Панасюк О.А. Магнітно-м'які матеріали на основі композиційних залізних порошків для роботи у змінних полях // *Металознавство та обробка металів*, 2012 – №1, с.27-33. *Особистий внесок здобувача*: отримання порошкових магнітно-м'яких матеріалів із композиційних порошків, вивчення структури та магнітних властивостей матеріалів

9. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. Резервы уплотняемости порошка железа // *Науковий вісник ХДМА*, 2016. – №1(14) – с. 111–117 *Особистий внесок здобувача*: вивчення процесу допресування пресовок на основі залізу

10. Мініцький А.В., Сосновський Л.О., Мініцька Н.В.. Вплив технологічних факторів на процес допресовки порошкових брикетів на основі заліза // *Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк*, 2016. – №56. – с. 40–43 *Особистий внесок здобувача*: вивчення процесу допресування пресовок на основі залізу

11. Мініцький А.В., Сидоренко Б.О., Бесарабець Ю.Й. Вплив зовнішнього контактного тертя на процес допресовки порошкових матеріалів на основі заліза // *Проблем тертя та зношування*, 2016 – №1 (70). – с. 150–154 *Особистий внесок здобувача*: вивчення процесу допресування пресовок на основі залізу

12. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. Допрессовка брикетов из смесей на основе порошка железа // *Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк*, 2016. – №54. – с. 220–225 *Особистий внесок здобувача*: вивчення процесу допресування пресовок на основі залізу

13. Minitskii, A.V., Loboda, P.I. The Infiltration of Lubricants into a Porous Briquette, When Compacting // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Volume 55, Issue 11-12, 1 March 2017, Pages 640-643 <https://doi.org/10.1007/s11106-017-9850-3> *Особистий внесок здобувача*:

вивчення процесу інфільтрації мастила в пресовки на основі залізу при допресуванні (*входить до наукометричної бази даних Scopus*)

14. Minitskii, A.V., Loboda, P.I. Alternative Method for Determining Compressibility of Powder Systems // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* Volume 56, Issue 7-8 December 2017, Pages. 424–429 <https://doi.org/10.1007/s11106-017-9912-6> *Особистий внесок здобувача: розробка методики визначення ущільненості порошкових сумішей (входить до наукометричної бази даних Scopus)*

15. Minitskii, A.V., Loboda, P.I. Pressing of long-length pellets from titanium hydride powder // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Volume 57, Nos. 3-4, July 2018, Pages 138-143 <https://doi.org/10.1007/s11106-018-9961-5> *Особистий внесок здобувача: отримання довгомірних пресовок на основі гідриду титану (входить до наукометричної бази даних Scopus)*

16. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. Определение возможности изготовления вертикальным прессованием длинномерных заготовок из порошка гидрида титана // *Міжвузівський збірник «Наукові нотатки»*. Луцьк, 2015. №50. – С. 133–136 *Особистий внесок здобувача: отримання довгомірних пресовок на основі гідриду титану*

17. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Божко А.В. Використання деревини в якості оболонки для сухого ізостатичного пресування // *Восточно-Европейский журнал передовых технологий*, 2014. – № 2. – с. 44–47 *Особистий внесок здобувача: вивчення процесу ущільнення пресовок на основі заліза в умовах ізостатичного пресування*

18. Minitskii A.V., Sosnovsii L. A., Loboda P.I., Kvitkovskii D.D. Encapsulation of Powder Mixtures with Frozen Fluids by Pressing // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, Volume 58, Nos.3-4, July 2019, Pages 243–247 <https://doi.org/10.1007/s11106-019-00070-3> *Особистий внесок здобувача:*

отримання капсульованих пресовок із порошкових сумішей (*входить до наукометричної бази даних Scopus*)

19. Сосновский Л.А., Власова О.В., Миницкий А.В. Исследование особенностей прессования и вакуумного спекания порошковой смеси железо-кремний // *Электрические контакты и электроды: Труды Института пробл. Материаловедения И.Н. Францевича НАН Украины. Серия «Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия»*. Редкол. Гречанюк Н.И. (отв.ред) и др.– Киев, 2018.–с.89–98
Особистий внесок здобувача: дослідження магнітних характеристик матеріалів на основі залізо - кремній

20. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Быков А.И., Лобода П.И. Процессы вторичного уплотнения брикетов на основе порошка железа // *Міжвузівський збірник «Наукові нотатки»*. Луцьк, 2017. –№58. – с. 248–254
Особистий внесок здобувача: отримання пресовок на основі заліза методом вільного осадження та вивчення структури

21. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И., Бесарабець Ю.Й. Вплив технологічних параметрів на процес вільної осадки порошкових матеріалів на основі залізу // *Міжвузівський збірник «Наукові нотатки»*. Луцьк, 2019. –№65. – с. 183–188
Особистий внесок здобувача: отримання пресовок на основі заліза методом вільного осадження та вивчення структури

22. Мініцький А.В., Сисоєв М.О. Поверхневе термічне оброблення порошкових залізовуглецевих сплавів // *Металознавство та обробка металів*, 2015. – №1. – С. 30–34
Особистий внесок здобувача: вивчення структури та механічних властивостей пресовок після обробки електронним променем

23. Мініцький А.В., Сисоєв М.О., Мініцька Н.В. Вплив часу поверхневого термічного оброблення на структуру порошкових

залізовуглецевих сплавів // *Металознавство та обробка металів*, 2016. . – №1.– с. 3–6 *Особистий внесок здобувача*: вивчення структури та механічних властивостей пресовок після обробки електронним променем

24. Охрименко О.О., Мініцький А.В., Сисоєв М.О., Мініцька Н.В. Поверхнєве зміцнення порошкових залізовуглецевих сплавів // *Збірник наукових праць УкрДУЗТ*, 2018, – №176. – с. 30–35 *Особистий внесок здобувача*: вивчення структури та механічних властивостей пресовок після обробки електронним променем

25. Мініцький А.В., Биба Є.Г., Мініцька Н.В., Власова О.В., Ведель Д.В. Розробка вольфрамідних сильнострумових контактів на основі відходів металообробки // *Металознавство та обробка металів*, 2019. – №4.– с.53 – 60 *Особистий внесок здобувача*: вивчення структури та електричних властивостей матеріалів

26. Minitsky A. BybaYe., Minitska N., Radchuk S. A study of the structure and properties of materials based on an iron – copper composite powder // *Eastern-european Journal of enterprise technologies* 2019. – № 2/12 (98). – с. 44–55 <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.164017> *Особистий внесок здобувача*: вивчення кінетики процесу осадження міді на залізний порошок та дослідження ущільненості композиційних порошків (входить до наукометричної бази даних Scopus)

27. Loboda P.I., Minitsky A.V., Byba Ye.G., Sysoev M.O., Radchuk S.V. Effect of the Porous Skeletal Iron Structure on the Infiltration of Aluminum Melts // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* Volume 58, Nos.11-12, March 2020, Pages 651–657. <https://doi.org/10.1007/s11106-020-00121-0> *Особистий внесок здобувача*: проведення інфільтрації пористих каркасів розплавом алюмінію та вивчення структури композитів (входить до наукометричної бази даних Scopus)

28. Миницкий А.В., Лобода П.И., Евич Я.И., Закиев И.М. Горячая свободная ковка порошковых брикетов на основе железа // *Порошковая металлургия*, 2020. - №5/6. – С. 68 – 75 *Особистий внесок здобувача: проведення термодетформаційної обробки пресовок на основі заліза з різним вмістом графіту, дослідження структури матеріалів (входить до наукометричної бази даних Scopus)*

Патенти на корисну модель:

29. Спосіб отримання порошкового магнітно-м'якого матеріалу на основі композиційного залізного порошку. Патент України №80083 МПК(2013.01), С25С 1/00, С22С 33/02 (2006.01), Заявл. 06.12.2012, Бюл. №9, 2013 р, Опубл. 13.05.2013. *Особистий внесок здобувача: отримання композиційного порошку та визначення магнітних характеристик матеріалу*

30. Спосіб виготовлення капсульованих порошкових брикетів. Патент України №100664, МПК В22F/02 (2006.01), Бюл. № 15, Опубл. 10.08.2015 *Особистий внесок здобувача: отримання капсульованих пресовок із порошкових сумішей*

31. Спосіб отримання твердих сплавів. Патент України №131797 МПК С01В 32/949 (2017.01) u201809189 Заявл. 07.09.2018 р., Бюл. №2, Опубл. 25.01.2019 *Особистий внесок здобувача: проведення термічної обробки твердосплавних зразків*

Доповіді на конференціях:

32. Маслюк В.А., Панасюк О.А., Миницкий А.В., Апининская Л.М., Вергелес Н.М. Влияние плакирования железного порошка на антикоррозионные свойства порошковых магнитно-мягких материалов // Сб. докладов “Порошковая металлургия в автотракторном машиностроении. Сварка и резка материалов. Материалы, технологии и оборудование для нанесения функциональных защитных покрытий”. 26–30 марта 2007 г.,

Минск, Беларусь. *Особистий внесок здобувача*: отримання плакованих порошків на основі заліза.

33. О. Panasyuk, V. Maslyuk, A. Minitskii, V. Lulko, O. Vlassova Powder composite soft magnetic materials. Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress & Exhibition Euro PM2007.– Toulouse, France, 2007.- 1 (3) – P. 347-351 *Особистий внесок здобувача*: отримання плакованих порошків на основі заліза та дослідження магнітних властивостей матеріалів

34. Panasyuk O.A., Baglyuk G.A., Kurovsii V.Ya., Vlasova O.V., Minitskii A.V.. Influence of the type of deformation treatment on the formation of the magnetic properties of iron-based powder materials. Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, Euro PM 2008 Shrewsbury, [England](#) (2008) –3– P. 223-226 *Особистий внесок здобувача*: отримано матеріали на основі композиційних порошків та вивчено магнітні властивості після деформаційної обробки.

35. Панасюк О.А., Власова О.В., Миницкий А.В., Апининская Л.М., Вергелес Н.М. Влияние термической обработки на структуру и магнитные свойства сплава железо-кобальт. Тр. второго международного научно-практического семинара «Новые материалы и изделия из металлических порошков. Технология. Производство. Применение» 17-19 июня 2008г, г. Йошкар-Ола, Россия, Республика Марий Эл. *Особистий внесок здобувача*: проведено плакування залізного порошку кобальтом та досліджено магнітні властивості.

36. Панасюк О.А., Напара-Волгина С.Г., Миницкий А.В., Апининская Л.М., Власова О.В.. Влияние бора на структуру и магнитные свойства порошковых Fe-Co-P материалов. Тр. пятой международной конференции «Материалы и покрытия в экстремальных условиях» 22–26 вересня 2008 р., Крим, Украина. *Особистий внесок здобувача*: проведено плакування

залізного порошку кобальтом, легування бором та досліджено магнітні властивості.

37.Панасюк О.А., Маслюк В.А., Власова О.В., Миницкий А.В., Куровский В.Я., Люлько В.Г.. Порошковые слоистые магнитно-мягкие материалы с анизотропными свойствами. Инженерия поверхности. Новые порошковые композиционные материалы. Сварка. В 2 ч. Ч. 2 матер. междунар. симп., пров. в рамках 12-й межд. выставки «Порошковая металлургия-2009», Минск, Беларусь, 25–27 марта 2009 г. *Особистий внесок здобувача:* дослідження магнітних властивостей композитів.

38.Panasyuk O.A., Vlasova O.V., Minitskii A.V.Influence of the sintering atmosphere on the magnetic properties of a powder soft magnetic material on the base of Fe-Co-P-B. International Conference on Sintering 2009, September 7-11, 2009, Kyiv, Ukraine. *Особистий внесок здобувача:* досліджено процес спікання матеріалів на основі плакованих порошків

39.Мініцький А.В., Солонуха Ю.С.Вплив режимів плакування порошку на магнітні характеристики матеріалів на основі заліза. Тр. Міжнародн. Науково-технічної конференції «Матеріали для роботи в екстремальних умовах», Київ 5–6 листопада 2012 р. *Особистий внесок здобувача:* отримано плакований порошок, досліджено кінетику процесу плакування.

40.Мініцький А.В., Ілліних О.О., Сидоренко Б.О. Вплив технологічних параметрів на процес допресовки сумішей на основі заліза. Тр. VI Міжнародної науково-технічної конференції «Новые материалы и технологии в машиностроении», Київ, 21-22 травня 2014 р. *Особистий внесок здобувача:* проведено допресування пресовок на основі заліза.

41.Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. К вопросу о методике полного выявления потенциала уплотняемости железного порошка. Матеріали 5-тої Міжнародної науково-практичної конференції «Сучасні енергетичні установки на транспорті і технології та обладнання для їх

обслуговування», 01 -03 жовтня, 2014 року, Херсон, Україна. *Особистий внесок здобувача*: проведено допресування пресовок на основі заліза.

42.Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. Исследование прессования порошка гидрида титана. 5-я Международная конференция «HighMatTech», 5-8 октября, 2015 года, Киев, Украина. *Особистий внесок здобувача*: проведено допресування пресовок на гідриду титана.

43.Миницкий А.В., Затовский В.Г., Лобода П.И. Интегрированные процессы: прессование и спекание, взаимодополняемость и взаимозаменяемость. 5-я Международная конференция «Материаловедение тугоплавких соединений и композитов», 24-25 мая, 2016, Київ, Україна. *Особистий внесок здобувача*: проведено допресування пресовок на основі заліза.

44. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. Допрессовка брикетов из смесей на основе порошка железа. Международная научно - практическая конференция «Реологические модели и процессы деформирования структурно - неоднородных материалов» 30.05 – 03.06 2016 года, Луцк, Україна. *Особистий внесок здобувача*: проведено допресування та вільне осаджування пресовок на основі заліза.

45.Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. Компактирование - капсулирование прессованием с замороженным флюидом. Девятая международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследование, применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий», 19-20 августа, 2016 года Коблево, Украина. *Особистий внесок здобувача*: отримання капсульованих пресовок із порошкових сумішей

46.Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Быков А.И., Лобода П.И. Процессы вторичного уплотнения брикетов на основе порошка железа. Міжнародно науково-практична конференція «Материалы и покрытия в экстремальных

условиях: теоретические и экспериментальные основы технологий изготовления», 01.06.2017 р, Луцьк, Україна. *Особистий внесок здобувача:*

проведено допресування та вільне осаджування пресовок на основі заліза

47. Степанов О.В., Мініцький А.В., Река В.В. Комп'ютерне моделювання етапу пружної деформації при пресуванні порошкових об'єктів // Тр. Міжнародн. Науково-технічної конференції «Матеріали для роботи в екстремальних умовах», Київ 2017 р. *Особистий внесок здобувача:* проведено гранулометричний аналіз порошків

48. Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. Прессование твердосплавных смесей. 6-я Международная конференция «Материаловедение тугоплавких соединений и композитов», 22-24 мая, 2018, Київ, Україна. *Особистий внесок здобувача:* проведено допресування пресовок із твердосплавних сумішей

49. Baglyuk G.A., Vlasova O.V., Minitskii A.V. Powder layered soft magnetic material. The 10-th international conference “Advanced materials and technologies: from idea to market”, Ningbo, China, 24-26 October 2018.

Особистий внесок здобувача: досліджено процес спікання матеріалів на основі плакованих порошків.

50. Мініцький А.В., Пузанов Д.Є., Радчук С.В., Мініцька Н.В. Розробка композиційних матеріалів на основі пористих каркасів із відходів сплаву ВНЖ просочених міддю. Новые материалы и технологии в машиностроении: Тр. XI Міжнародної науково-технічної конференції, Київ, 30-31 травня 2019 р. *Особистий внесок здобувача:* досліджено структуру та електричні властивості композитів.

51. Миницкий А.В., Лобода П.И., Биба Є.Г. Горяча вільна ковка порошкових матеріалів. XIV Міжнародної науково-технічної конференції «Нові сталі і сплави і методи їх оброблення для підвищення надійності та довговічності виробів», 8–10 жовтня, 2019 Запоріжжя, Україна. *Особистий*

внесок здобувача: проведення вільної гарячого кування пресовок на основі залізного порошку

52.Миницкий А.В., Лобода П.И., Мініцька Н.В. Застосування вільної гарячої ковки для створення композитів із відходів металообробки. XI Міжнародна науково-технічна конференція «Ресурсозбереження та енергоефективність процесів та обладнання обробки тиском в машинобудуванні та металургії», присвячена 90-річчю заснування кафедри обробки металів тиском, 20–22 листопада, 2019, Харків, Україна. *Особистий внесок здобувача: проведення вільної гарячого кування пресовок на основі залізного порошку*

ЗМІСТ

ВСТУП.....	29
1 СУЧАСНИЙ СТАН ПРОБЛЕМИ СТВОРЕННЯ ВИСОКОЩІЛЬНИХ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ.....	38
1.1 Аналіз основних факторів, що впливають на процеси консолідації порошкових систем.....	38
1.1.1 Вплив характеристик порошків на процеси ущільнення.....	38
1.1.2 Вплив мастил та легуючих добавок на процеси пресування порошкових матеріалів.....	42
1.1.3 Суміщення операцій пресування – спікання порошкових матеріалів.....	43
1.2 Переваги та недоліки технологій порошкової металургії для отримання високощільних матеріалів	52
1.2.1 Вібраційне формування порошкових виробів.....	53
1.2.2 Тепле пресування порошкових виробів.....	54
1.2.3 Повторна деформація порошкових пресовок.....	56
1.3 Застосування деформації зсуву при ущільненні порошкових матеріалів.....	58
1.3.1 Методи із застосуванням деформацій зсуву.....	61
1.3.2 Гаряче кування матеріалів.....	63
1.4 Термодеформаційна обробка порошкових матеріалів.....	66
1.5 Інфільтрація пористих каркасів металевими розплавами.....	74
1.6 Висновки та постановка задач.....	75
2 ВПЛИВ ПЛАКУВАННЯ НА ХІМІЧНІ, ФІЗИЧНІ ТА ТЕХНОЛОГІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПОРОШКІВ ЗАЛІЗА.....	78
2.1 Вплив плакування міддю на характеристики залізного порошку.....	78
2.2 Вплив плакування кобаль-фосфором на характеристики залізного порошку.....	89

2.3	Аналіз процесу ущільнення композиційних порошків на основі залізу.....	100
2.4	Висновки	111
3	ВПЛИВ УМОВ НАВАНТАЖЕННЯ, ПРИРОДИ ТА ФІЗИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ПОРОШКІВ НА СТУПІНЬ УЩІЛЬНЕННЯ ПІД ЧАС ПРЕСУВАННЯ.....	112
3.1	Визначення резерву ущільненості порошкових матеріалів на основі заліза.....	112
3.2	Вплив різних факторів на процес ущільнення порошкових матеріалів в умовах статичного допресування.....	119
3.3	Комп'ютерне моделювання етапу пружної деформації при пресуванні порошкових об'єктів.....	146
3.4	Альтернативна методика визначення процесу ущільненості порошкових матеріалів на основі заліза.....	151
3.5	Можливість виготовлення довгомірних заготовок із порошкових об'єктів	162
3.6	Застосування зовнішніх оболонок в процесі допресування в умовах статичного пресування.....	172
3.7	Вплив допресування на процес ущільнення та спікання порошкових сумішей залізо – кремній.....	181
3.8	Процес ущільнення порошку заліза в умовах всебічного стискання в камері високого тиску.....	193
3.9	Висновки.....	196
4	ІНТЕНСИФІКАЦІЯ ПРОЦЕСІВ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ В УМОВАХ ЗСУВНИХ ДЕФОРМАЦІЙ	198
4.1	Процес ущільнення порошку заліза в умовах вільного осадження	198
4.2	Вплив технологічних параметрів на процес вільного осадження порошкових матеріалів на основі залізу.....	209

4.3	Вивчення процесу деформації квазікрихких матеріалів при вільному осадженні.....	218
4.4	Висновки.....	223
5	ВПЛИВ ТЕРМОДЕФОРМАЦІЙНОГО ОБРОБЛЕННЯ НА ПРОЦЕСИ УЩІЛЬНЕННЯ, ФАЗОВИЙ СКЛАД, МІКРОСТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ.....	224
5.1	Вплив гарячого кування на процес ущільнення залізографітових пресовок.....	225
5.2	Моделювання процесу деформації порошкових систем в умовах вільного торцевого кування	241
5.3	Отримання порошкових об'єктів термодиформацийним обробленням.....	244
5.4	Створення композиційних матеріалів із відходів металообробки термодиформацийним обробленням.....	257
5.5	Вплив поверхневого термічного оброблення на структуру та твердість залізографітових матеріалів.....	265
5.6	Висновки.....	273
6	ВПЛИВ ХІМІЧНОЇ ТА СТРУКТУРНОЇ ДОСКОНАЛОСТІ ПРЕСОВОК НА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ЕКОНОМНОЛЕГОВАНИХ СТАЛЕЙ ТА КОМПОЗИТИВ.....	275
6.1	Вплив пористої каркасної структури заліза на процес інфільтрації розплавом алюмінію.....	275
6.2	Вплив геометричних параметрів складових 3D каркасів на основі заліза на механічні властивості матеріалів.....	288
6.3	Вплив геометричних параметрів складових просочених 3D каркасів на основі заліза на механічні властивості матеріалів.....	298
6.4	Вплив термічної обробки просочених 3D каркасів на основі заліза на механічні властивості матеріалів.....	304

6.5	Аналіз механічних властивостей пористих 3D каркасів на основі заліза методом скінченних елементів за допомогою програми ANSYS....	311
6.6	Створення матеріалів електротехнічного призначення методом інфільтрації пористих каркасів на основі відходів металообробки.....	314
6.7	Висновки.....	321
ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ.....		323
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ПОСИЛАНЬ.....		326
ДОДАТОК А.....		368
ДОДАТОК Б.....		369

ВСТУП

Актуальність роботи. Ресурсно-економічні реалії сьогодення диктують виробникам необхідність відмови від дефіцитних легуючих матеріалів, а також застосування економічно-рентабельних технологій без використання високоенергетичних методів виробництва. На сьогодні основним конструкційним матеріалом залишається сталь і сплави на основі заліза. Методи порошкової металургії дозволяють в більш широкому діапазоні керувати розмірами зерен (10 нм – 100 мкм), фазовим та хімічним складом та є енерго- та ресурсозберігаючими через найбільший коефіцієнт використання металу. Основною проблемою порошкових матеріалів є низька міцність порівняно із прокатаним металом, через залишкову пористість та значну концентрацію адсорбованих та хемосорбованих домішок по границях зерен через високу газонасиченість порошків.

Одним із способів комбінованої обробки порошкових пресовок, що дозволяє сумістити спікання з обробкою тиском є кування. Але процеси підготовки пресовок до інтенсивного ущільнення під час кування, формування структури та властивостей матеріалів в залежності від природи вихідних порошків, їх фізичних технологічних та хімічних властивостей вивчені не достатньо повно. Ефективність підвищення щільності, міцності та експлуатаційних характеристик матеріалів із порошків заліза, визначається сукупністю технологічних та економічних факторів.

На сьогодні основним способом виробництва порошкових виробів залишається статичне пресування у жорстких матрицях. Питанням консолідації порошкових систем в умовах статичного пресування присвячено фундаментальні роботи таких вчених як Walker E.E., Бальшин М.Ю., Jones W.D., Seelig R.P., Жданович Г.М., Анциферов В.Н., Перельман В.Е., Скороход В.В., Штерн М.Б., Schatt W. тощо. Іншою групою методів консолідації, що забезпечують високі значення фізико-механічних

властивостей порошкових матеріалів є технології, які базуються на термодетформаційній обробці. Наукові-технологічні основи термодетформаційної обробки створені завдяки роботам Ковальченка М.С., Дорофєєва Ю.Г, Баглюка, Г.А. та ін. Перспективними способами створення матеріалів з дрібнодисперсними, не рівноважними структурами є методи інтенсивної пластичної детформації, основний вклад в розвиток цих методів внесли Бриджмен П.У., Сегал В.М., Валієв Р.З., Бейгельзімер Я.Є. та ін.

Переважає більшість робіт присвячена впливу сил внутрішнього та зовнішнього тертя на формування структури порошкових матеріалів та утворення залишкової пористості. При цьому, залишаються не повністю з'ясованими питання впливу природи матеріалу частинок, хімічні, фізичні та технологічні властивості порошків, а також схеми прикладання навантаження на ущільнення під час пресування.

При цьому, реалізація на практиці технологій виготовлення дрібнозернистих високощільних матеріалів із порошків заліза та його сплавів має цілий ряд обмежень в застосуванні. Не випадково останнім часом з'явилися адитивні технології пошарового 3D друку, за допомогою яких можна отримати дрібнозернисті матеріали з достатньо чистими по відношенню до домішок границями зерен. Але, швидкість процесу 3D друку, високі капітальні витрати на обладнання, високі термомеханічні напруження, що призводять до необхідності додаткової операції термообробки виробу, не дозволяють реалізувати швидкісне компактування порошкових матеріалів. Найбільш швидким способом може бути кування, але процеси формування мікроструктури, фазового складу, розподілу домішок, їх вплив на фізико-хімічні властивості сплавів на основі заліза вивчені не достатньо. Окрім того із порошків заліза методами 3D друку можна формувати каркас майбутньої деталі, з високою пористістю і таким чином скоротити час на надання форми порошковому тілу, а на

другій стадії шляхом інфільтрації розплаву із компоненту, що може виступати легуючим для сплаву заліза формувати виріб зі сплаву з високими фізико-механічними характеристиками.

Тому, створення науково-технологічних основ виготовлення виробів із високощільних легованих сталей та металокерамічних матеріалів шляхом термодетонаційної обробки та інфільтрації пресовок із порошків заліза та його сумішей з легуючими компонентами є актуальною.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами та темами.

Робота виконана на кафедрі високотемпературних матеріалів та порошкової металургії Національного технічного університету України ім. Ігоря Сікорського в рамках бюджетної теми №2106п «Створення проривних технологій виробництва деталей складної форми з композиційних матеріалів для екстремальних умов експлуатації» (державний реєстраційний номер № 0118U000222).

Мета і завдання досліджень. Метою роботи є вирішення прикладної проблеми виготовлення високощільних економнолегованих порошкових матеріалів на основі заліза з високими фізико-механічними характеристиками для роботи в екстремальних умовах експлуатації, шляхом створення фізичних основ консолідації порошків.

Для досягнення поставленої мети необхідно було вирішити наступні завдання:

1. Встановити вплив складу покриттів із міді та кобальту на хімічні, фізичні та технологічні властивості порошку заліза та процеси їх ущільнення в умовах статичного пресування.

2. Дослідити вплив параметрів процесу допресування, що впливають на ступінь консолідації сумішей порошків заліза з добавками частинок порошків графіту та твердих непластичних карбїду хрому, гїдриду титану та гетерогенних сумішей порошків твердих сплавів (ВК, КХН), що

складаються з частинок порошку пластичної та твердої крихкої складової і встановити основні фактори, що впливають на ефективність процесу консолідації пресовок.

3. Проаналізувати можливість розробки гібридних схем ущільнення порошкових пресовок шляхом встановлення закономірностей формування мікроструктури пресовок під час пресування порошків заліза в камері високого тиску та в процесі вільного осаджування.

4. Встановити вплив параметрів процесів на ступінь ущільнення, сплавоутворення, формування мікроструктури та властивостей порошкових матеріалів на основі заліза в умовах комплексної термодетформаційної обробки.

5. Дослідити закономірності формування мікроструктури та властивостей капілярно-пористих тіл, сформованих за технологією селективного лазерного оплавлення, що супроводжується рафінуванням матеріалу частинок порошку та формування найбільш фізично та хімічно досконалих границь зерен порошкової сталі.

6. Дослідити вплив геометричних характеристик та орієнтації в просторі стінок пор пресовки, сформованих із порошку заліза шляхом селективного лазерного оплавлення.

7. Дослідити закономірності формування мікроструктури капілярно-пористого тіла із порошку заліза під час інфільтрації розплавом алюмінію та встановити вплив параметрів процесу термообробки на мікроструктуру та властивості композиту.

8. Розробити наукові основи технологічних процесів одержання порошкових високощільних економнолегованих сталей та композитів на їх основі шляхом комплексної термообробки порошків.

Об'єкт дослідження – процеси одержання високощільних композиційних матеріалів на основі порошків заліза для роботи в високонавантажених вузлах та механізмах сучасної техніки

Предмет дослідження – закономірності формування мікроструктури, фазового складу та властивостей порошкових сталей та каркасних композитів із них.

Методи дослідження: оптична та скануюча електронна мікроскопія, гранулометричний, рентгенофлюорисцентний, мікрорентгеноспектральний, рентгеноструктурний аналіз, спекл-інтерферометрія, наноіндентування, стандартні методики визначення механічних властивостей (міцність на стиснення, міцність на згин, міцність на розтяг, ударна в'язкість), твердості, мікротвердості, питомого електричного опору, магнітних властивостей (магнітна індукція, коерцитивна сила, питома намагніченість, магнітна проникність, загальні магнітні втрати).

Процеси моделювання проводили методом скінчених елементів за допомогою прикладних програмних пакетів ANSYS 19R1 Academic Edition та DEFORM 2D/3D.

Наукова новизна отриманих результатів:

1. Встановлено вплив хімічного складу покриття (мідь, кобальт) на здатність до ущільнення порошків заліза, формування високощільної мікроструктури і властивостей безпористих порошкових матеріалів. Аналізом процесу ущільнення за рівняннями Куніна-Юрченко, Бальшина, Ждановича, Штерна доведено, що активація ущільнення порошків з покриттям обумовлена збільшенням пластичності (у випадку міді) поверхневих шарів частинок порошку, що забезпечують їх проковзування без суттєвої об'ємної деформації.

2. Встановлено закономірності впливу розміру і хімічного складу порошків та мастила на процес ущільнення порошкових матеріалів на

основі заліза в умовах допресування, що дозволяє керувати величиною внутрішнього та зовнішнього тертя і збільшити на 20 – 30 % щільність пресовок. Доведено, що допресування порошку заліза з добавками графіту не тільки зменшує пористість і розміри, але і збільшує в 5 разів міцність пресовок, що обумовлено збільшенням площі міжчастинкових контактів, внаслідок подрібнення крупних частинок порошку заліза.

3. Вперше встановлено можливість створення високощільних та високоміцних порошкових середньо- та високовуглецевих сталей та залізографітових матеріалів вільним осадженням без спікання шляхом реалізації деформацій зсуву під час ущільнення та виключенням зовнішнього тертя при формуванні.

4. Вперше встановлено, що високощільні порошкові матеріали систем Fe-C, Fe-Ti-C, Fe-Si-Cr та ін. можуть формуватися в умовах термодеоформаційного оброблення, сумістивши процеси структурної деформації частинок порошку та фізико-хімічної взаємодії компонентів пресовки. Вперше доведено, що реалізація процесів деформації та сплавоутворення під час торцевого вільного кування дозволяє отримувати високощільні та високоміцні композиційні матеріали із відходів металообробки ШХ15.

5. Вперше встановлені кінетичні параметри процесу інфільтрації розплаву алюмінію в пресовках заліза. Доведено, що по мірі збільшення розміру пор, швидкість просочування зростає і при розмірі пор 400 мкм забезпечується повне просочування пресовок на висоту до 30 мм в умовах градієнту тиску.

6. Формування каркасу із порошку заліза в умовах 3D друку забезпечує створення хімічної та фізичної досконалості міжзеренних границь, що забезпечує найвищі значення міцності та дозволяє керувати

пружними та механічними характеристиками композиційного матеріалу шляхом орієнтування в просторі порових каналів каркасу.

Практичне значення отриманих результатів.

Розроблено нові способи отримання економно легованих високощільних порошкових матеріалів з використанням методів термодетформаційної обробки та інфільтрації пористих каркасів.

Створено магнітні матеріали на основі композиційних порошоків для роботи у змінних полях промислової частоти, що мають низкі втрати при перемагнічуванні при збереженні високих значень магнітних характеристик.

Розроблено матеріали для високострумєневих контактів на основі відходів металообробки важких сплавів просочених міддю, що мають ерозійну стійкість на рівні промислових псевдосплавів (ООО «Інтер-контакт-пріор»).

Розроблені порошкові матеріали, одержані в результаті виконання дисертаційної роботи, можуть широко використовуватися в якості конструкційних, триботехнічних, електротехнічних та матеріалів спеціального призначення, що працюють в екстремальних умовах експлуатації.

Особистий внесок здобувача. Дисертація виконана автором самостійно і базується на результатах досліджень, що опубліковані. Основні наукові положення дисертаційної роботи сформульовані автором особисто. Матеріали дисертаційної роботи не містять ідей та розробок, що належать співавторам.

Апробація результатів роботи. Основні положення та результати дисертаційної роботи апробовано на конференціях: Порошковая металлургия в автотракторном машиностроении. Сварка и резка материалов. Материалы, технологии и оборудование для нанесения функциональных

защитных покрытий, 2007 г., Минск, Беларусь, Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress & Exhibition Euro PM2007, Toulouse, France, Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, Euro PM 2008, Shrewsbury, England, 9-ая Международная научно-техническая конференция «Оборудование и технологии термической обработки металлов и сплавов в машиностроении», 2008 г., м. Харків, Україна, Второй международный научно-практический семинар «Новые материалы и изделия из металлических порошков. Технология. Производство. Применение», 2008г, г. Йошкар-Ола, республика Марий Эл, Россия, Пятая международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях», 2008 р., Крим, Україна, Міжнародна науково-технічна конференція «Матеріали для роботи в екстремальних умовах», 2008, 2010, 2012, 2017, 2018 р., Київ Україна, Международный симпозиум, проведенный в рамках 12-й международной выставки «Порошковая металлургия-2009», Минск, Беларусь, International Conference on Sintering 2009, Kyiv, Ukraine, Міжнародна конференція «Электрические контакты и электроды», 2009, Крим, Україна, Международная конференция «HighMatTech», 2009, 2015, 2019 Київ, Україна, Міжнародна Науково-практична конференція «Інноваційні ресурсозбережні матеріали та зміцнювальні технології», 2012, 2013 р., м. Маріуполь, Україна, VII-ая научно-техническая конференция молодых ученых и специалистов «Сварка и родственные технологии», 2013 р, Ворзель, Україна, Международная научно-техническая конференция «Новые материалы и технологии в машиностроении», 2013, 2014, 2017, 2018, 2019 р, Київ, Україна, Міжнародна науково-практична конференція «Сучасні енергетичні установки на транспорті і технології та обладнання для їх обслуговування», 2014, 2015 р., Херсон, Україна, Международная конференция «Материаловедение тугоплавких соединений и композитов», 2016, 2018 р.,

Київ, Україна, Международная научно - практическая конференция «Реологические модели и процессы деформирования структурно - неоднородных материалов», 2016 г, Луцьк, Україна, Международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследование, применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий», 2016 г., Коблево, Украина, Міжнародно науково-практична конференція «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: теоретические и экспериментальные основы технологий изготовления», 2017 р, Луцьк, Україна, Міжнародна науково-технічна конференція «Технології та інфраструктура транспорту», 2018 р., Харків, Україна, international conference “Advanced materials and technologies: from idea to market”, 2018, Ningbo, China, Міжнародна науково-технічна конференція «Нові сталі і сплави і методи їх оброблення для підвищення надійності та довговічності виробів», 2019 Запоріжжя, Україна, Міжнародна науково-технічна конференція «Ресурсозбереження та енергоефективність процесів та обладнання обробки тиском в машинобудуванні та металургії», 2019, Харків, Україна

Публікації. За матеріалами дисертації опубліковано **52** наукові праці, в тому числі в **28** статтях у наукових фахових виданнях (з них – **8** статей у виданнях які включені до міжнародних наукометричних баз), **3** патенти України на корисну модель, **21** теза доповідей в збірниках матеріалів конференцій.

Обсяг і структура дисертації. Дисертаційна робота складається зі вступу, **6** розділів, загальних висновків, списку використаних джерел та додатків. Викладена на **369** сторінках, включає **52** таблиці, **165** рисунків, додатки, список використаних джерел із **334** найменування.

1 СУЧАСНИЙ СТАН ПРОБЛЕМИ СТВОРЕННЯ ВИСОКОЩІЛЬНИХ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ

1.1 Аналіз основних факторів, що впливають на процеси консолідації порошкових систем

Якість виробів, отриманих методом порошкової металургії, залежить від багатьох факторів, серед яких основними є характеристики вихідних порошків, методи формування та термічної обробки. Різноманіття номенклатури порошкових виробів та постійно зростаючі вимоги до них вимагають вдосконалення, як існуючих технологій, так і розробки нових комбінаторних способів виробництва порошкових деталей. При цьому, ресурсно-економічні реалії сьогодення диктують виробникам необхідність відмови від дефіцитних легуючих матеріалів, а також застосування економічно-рентабельних технологій без використання високоенергетичних методів виробництва [1]. Підвищення щільності і, відповідно, міцності порошкових виробів, яка визначає їх експлуатаційні властивості, залишається як і раніше актуальною проблемою. Існують різні напрямки підвищення щільності заготовок на основі залізних порошків, ефективність яких визначається сукупністю технологічних та економічних факторів.

1.1.1 Вплив характеристик порошків на процеси ущільнення

Останнім часом виробники металевих порошків багато уваги приділяють пошуку методів підвищення їх технологічних характеристик, що забезпечать високі фізико-механічні та інші властивості порошкових виробів. Перше місце за продуктивністю виробництва металевих порошків займає залізний порошок, як найбільш затребуваний у виробництві порошкових конструкційних, триботехнічних та електротехнічних деталей [2]. Якість вихідного порошку в певній мірі визначає кінцеві властивості виробів, що обумовлено як їх хімічним складом, так і впливом на процеси

консолідації при формуванні та спіканні [3, 4]. Відомо різні способи підвищення фізико-технологічних властивостей залізного порошку: відновлюючий агломеруючий відпал, оброблення водними розчинами кислот, обкатка порошку з наступним відпалом, плакування частинок [5–9]. Кожен з цих способів змінює певні характеристики порошку, так відновлення оксидних плівок приводить до підвищення пластичності і, відповідно, ущільнюваності порошку, обробка кислотами забезпечує високу шорсткість поверхні частинок і кращу формуємість, обкатка та плакування змінюють форму і підвищують текучість, насипну щільність та ущільнюваність.

Розроблено [10] новий клас залізних "легких" порошків, що мають низьку (менше 2 г/см^3) насипну щільність і дуже високу міцність пресовок; порошки з насипною щільністю $1,2 - 1,8 \text{ г/см}^3$ дозволяють отримувати пресовки з міцністю $60 - 100 \text{ МПа}$. Такі порошки, одержувані при відновленні гематиту, істотно активують спікання завдяки їх високій питомій поверхні (більше $2,5 \text{ м}^2/\text{г}$), що в десятки разів вище, ніж у звичайних відновлених порошків. Слід припустити, що багато потреб порошкової металургії заліза можуть бути задоволені при використанні одного-двох порошків, що поєднує високі ущільнюваність і формуємість. Такими властивостями володіє розпилений порошок з розгалуженою (коралоподібною) структурою частинок [11]. Особливості морфології його частинок зумовлює унікальне поєднання ущільнюваності і формуємості, що дозволяє вводити в нього крихкі порошки з отриманням міцних композицій, одержуваних холодним пресуванням або прокаткою. Такі композиції: комбіновані модифікатори або розкислювачі, можуть успішно використовуватися при виготовленні високоякісних заготовок або виробів з литих сталей і чавунів.

Змішування розпилених та відновлених порошків також дозволяє підвищити їх ущільнення [12], при цьому питання про перевагу відновлених або розпилених порошків є умовними через мінливі потреби промисловості, динаміка стану сировинної та енергетичної баз можуть багаторазово і по-різному змінювати попит на ці порошки. Взаємодоповнюваність цих порошків повинна розглядатися як один з факторів розвитку порошкової металургії заліза, в тому числі і як можливість підвищення ущільнюваності і спікаємості розпилених порошків.

Існує певний клас порошкових матеріалів, для яких формування є кінцевою операцією, ще В.Д. Джонс звертав увагу на високу міцність сирого брикету [13], що підтверджують дані роботи [14] по дослідженню пресування порошку срібла, обробленого в розбавленому розчині фторобористої (HBF_4) кислоти. Встановлено, що міцність при згині і модуль пружності порошку, спресованого при тиску 1 ГПа, досягали значень порівнянних з цими характеристиками для компактного срібла. Отримані результати попередньо інтерпретовані авторами роботи, як наслідок ефекту самопайки срібла при наявності розчину або як процес його рідкофазного спікання у водному рідкому середовищі. Незважаючи на радикальні відмінності в хімічних властивостях срібла і заліза, можливість ювенілізації поверхні порошкових частинок останнього під впливом водних розчинів, що сприяє їх холодному зварюванню при ущільненні, є цілком реальним технологічним прийомом.

Одним із способів зміни характеристик порошків, полягає в тривалій механічній активації вихідних шихт, в тому числі і шихт, що містять добавку скла, що активує як розмелювання, так і спікання [15-19]. Безумовно, цей метод перспективний при виготовленні багатьох відповідальних виробів, однак, необхідність тривалої механоактивації,

неминуче обмежує його застосування для масштабного виготовлення деталей.

Відомо, що розмір вихідних частинок порошків суттєво впливає на процес ущільнення [20-22]. При цьому дисперсні частинки ущільнюються значно гірше, що обумовлено великим внутрішнім тертям, через високу питому поверхню. Відносна щільність пресовок із порошків розміром менше 10 мкм складає всього 0,6-0,65 після пресування при тиску 550 МПа [23]. Застосування порошків розміром 50-150 мкм забезпечує відносну щільність близько 0,8 при тиску 550 МПа. Поєднання порошків різних фракцій може забезпечити високу щільність пресовок без застосування великих тисків.

Одним з перспективних способів зміни фізичних, хімічних та технологічних властивостей порошків є нанесення покриття на їх поверхню. Відомо ряд методів нанесення металевих та неметалевих покриттів на частинки порошків: хімічне та електрохімічне осадження [24-26], випарювання і конденсація у вакуумі [27], осадження з парової фази, у тому числі з використанням методів газотранспортних реакцій [28] та ряд інших методів. Проте не всі вони використовуються в техніці і промисловості через свою небезпеку, наприклад, застосування концентрованих кислот або вибухонебезпечних відновлюючих газів. Найбільш простим у застосуванні є нанесення металевого покриття на частинки залізного порошку шляхом хімічного відновлення із розчинів солей металів. Перевагою даного способу є універсальне обладнання та дешеві вихідні матеріали, а також можливість нанесення різноманітних матеріалів з їх рівномірним розподілом на поверхні частинок. Однак, не дивлячись на безперечні переваги методу хімічного відновлення, відсутні систематичні дані та чіткі рецептури по плакуванню залізних порошків металевими компонентами, що обумовлює необхідність проведення таких досліджень.

1.1.2 Вплив мастил та легуючих добавок на процеси пресування порошкових матеріалів

Введення до залізного порошку різних мастил є ефективним способом підвищення його ущільнюваності в процесі пресування, що забезпечується зниженням внутрішнього та зовнішнього тертя об стінки прес-форми [29]. При цьому застосовують як інертні мастила, що видаляються після спікання, так і мастила, що активно взаємодіють із залізом [30–32].

Введення стеарату цинку в порошок заліза істотно знижує тиск виштовхування і зменшує зношування прес-оснащення [33–35]. Очевидно, ця ситуація може бути використана як база порівняння, для якої існує характерний тиск виштовхування. Можна думати, що зниження (за інших рівних умов) тиску виштовхування на порядок при кінцевому тиску статичного пресування 600–800 МПа може вважатися ознакою радикального зниження зовнішнього контактного тертя. Досить очевидно, що ймовірність такого зниження введенням розумної кількості мастила в об'єм порошку заліза є дуже незначною і що досягнення такого результату більш ймовірно при використанні зовнішніх мастил. При цьому, останні повинні забезпечувати низький опір зрушенню пресовки в умовах її стискання прес-формою.

У цій ситуації можуть бути використані два підходи: а) розміщення між пресовкою і стінкою матриці твердого прошарку з низьким коефіцієнтом тертя, б) використання поділяючого шару рідини з високою в'язкістю, яка перетворюється у твердий стан в умовах об'ємного стискання, а також об'єднання цих підходів.

Можливість підвищення ущільнюваності порошку заліза за допомогою введення в нього графіту в якості твердого мастила [36] залишається як і раніше перспективною. Так, в патенті [37] заявлений спосіб виготовлення з

порошків заліза спечених деталей з щільністю $7,6 - 7,8 \text{ г / см}^3$, що містять $0,8 - 2,0 \%$ вуглецю, що включають їх термічну обробку для сфероїдизації карбідів і остаточну деформацію при $250 - 700 \text{ }^\circ\text{C}$ протягом часу, необхідного для досягнення деталлю заданої форми. В роботі [38] показано, що заміна стеарата цинку графітом дозволяє отримувати високощільні вироби при пресуванні при 1000 МПа при триразовому (без введення мастил) зниженні тиску виштовхування, але застосування значних добавок графіту обмежена як зниженням ударної в'язкості спеченого матеріалу, так і підвищеним зносом інструменту. Ефективність цього прийому може бути підвищена використанням не одного, а двостадійного пресування: спочатку при тиску $400 - 600 \text{ МПа}$, потім повторне пресування при $800 - 1000 \text{ МПа}$ в іншій прес-формі.

Стосовно використання твердих органічних мастил, що газифікуються, слід зазначити, що їх незручно наносити на внутрішні робочі поверхні прес-інструменту, але зручно - на зовнішні поверхні. Тому, можливе їх нанесення на заготівлі, заздалегідь спресовані при малому тиску без використання таких мастил, і що далі піддаються допресовці при високому тиску. Такий варіант подвійного пресування може дозволити вдало використати введення графіту в порошок заліза, а мастил, що випаровуються – на поверхню заготівель, тобто використати їх як розділяючі покриття. Встановлено, що можливе радикальне (на порядок, порівняно з сумішами, що містять стеарат цинку) зниження зовнішнього контактного тертя при використанні тонких розділяючих шарів з поліетилену, політетрафторетилену або рідин, що мають аномальну в'язкість [39]. Цей технологічний прийом може бути використаний при повторному пресуванні заготівель з будь-яких сумішей, що чинять небажану адгезійну або абразивну дію на стінки прес-форми. Поліетилен має значну перевагу за вартістю і практично не поступається політетрафторетилену по зниженню зовнішнього контактного тертя. При

його використанні як розділяючий шар на брикетах тиск виштовхування після допресування при 1000 МПа не перевищує 2 МПа, а для сумішей порошків заліза з 0,6 мас. % стеарату цинку - воно не нижче 25 МПа. Таким чином, використання розділяючих шарів дає можливість радикально понизити знос прес-форм при високих тисках допресування.

Здатність мастил до зниження зовнішнього контактного тертя і міжчастинкової взаємодії може бути симбатна їхній в'язкості. Очевидно, ця обставина й обумовлює неефективність води та машинних олій, що було підтверджено в роботі при дослідженні ущільнення порошку сталі ПР-Х17Н2 [40]. У порівнянні з ними необхідно перевірити здатність рідини до змащування, що має аномальну в'язкість. У якості останньої може бути використано епоксидну смолу, аномально висока в'язкість якої обумовлена довжиною ланцюгів – її молекулярна вага складає 500 – 3000 а.о. [41]. Досить очевидно, що пресування сумішей порошку заліза з епоксидною смолою дозволяє отримувати після її затвердіння безпористі залізопласти із задовільною міцністю. Відомі дані [42, 43] свідчать про те, що ще перспективніше виготовлення з залізопластів деталей з антифрикційними і зносостійкими покриттями. В цьому випадку на робочу поверхню пресовки з суміші порошку заліза і неотвердженої епоксидної смоли може бути нанесений полімербетон – шар суміші епоксидної смоли з антифрикційними і/або твердими порошковими добавками з проведенням повторного пресування заготовки до необхідних розмірів в іншій прес-формі. Ця проста технологія дозволяє виготовляти вироби з високими поверхневими експлуатаційними властивостями. Такі ж покриття можуть бути нанесені і на спечені заготовки. Після проведення первинного пресування і спікання на отриману заготовку наносять шлікерний шар порошкової суміші, що утворює захисне покриття в процесі спікання. Після сушки, що проводиться для видалення розчинника шлікерного шару, отриману заготовку піддають

повторному пресуванню в іншій прес-формі, тобто поєднують допресовку заготовки з припресовкою до неї покриття. Подальший нагрів отриманої заготовки поєднує спікання серцевини (основного об'єму) заготовки і спікання - припікання до неї захисного покриття. Приведений спосіб раніше детально досліджений і успішно застосований для захисту від зносу компактних сталевих виробів [44]. Очевидно, що він може бути легко і швидко адаптований до виробів, що виготовляються з порошку заліза, тим більше що, до теперішнього часу накопичений значний досвід по механоактивації різних порошкових сумішей [45–47]. Даний метод може бути оптимально використаний для отримання високодисперсних, таких, що утворюють стійкі суспензії (шликер) сумішей, що активно спікаються з утворенням захисних покриттів.

Шлікерне литво і інжекційне формування, що реалізуються з використанням дисперсних порошків дозволяють отримувати спіканням виробу складної форми і високої щільності. У роботі [48] проведений підбір гранулометричного складу сумішей з максимальною щільністю утруски з порошків заліза різних марок. Розроблена технологія їх шлікерного литва, що дозволяє частково замінити дорогі карбонільні порошки, прискорити процес спікання і отримати матеріали з підвищеними механічними властивостями.

Основні обмеження масштабу використання цих способів формування заготівель пов'язані не лише з дисперсністю використовуваних порошків, але і із складністю видалення зв'язки з об'єму отримуваних сирих формовок. У патенті [49] описаний спосіб інжекційного формування з порошків нержавіючих сталей з використанням водного гелеподібного зв'язуючого, що містить агар-агар в якості гелеутворюючої речовини. У роботі [50] досліджене нове водорозчинна зв'язка на основі поліетиленгліколя для інжекційного формування сплаву $\text{Fe} - 2\text{Ni}$; швидкість розчинення

зв'язуючого у воді складає 0,8 - 2,0 мм/годину. Таким чином, існує принципова можливість реалізації інжекційного формування з використанням зручних водних або водорозчинних зв'язок і недорогих порошків заліза.

Розробка дешевих і зручних водорозчинних зв'язок, необхідних для пресування і інжекційного формування виробів з дисперсних порошків заліза є важливою задачею прогресивних технологій порошкової металургії. Тут слід вказати на те, що в якості зв'язки частинок заліза може виявитися не новий в порошковій металургії лід [51], що має високу адгезію до металів і що має при додатку тиску унікальне поєднання реологічних властивостей [52], які можуть бути використані при виготовленні і ущільненні порошкових формовок різних форм і розмірів. Можна вважати, що здатність льоду до плавлення при пресуванні і зворотного перетворення води в лід при знятті навантаження, а також зв'язування ним порошків будь-якої дисперсності, є потенційно перспективним.

Тому, повертаючись до проблеми отримання дисперсних залізних порошків, слід і з цієї причини констатувати доцільність повернення до того, що не втратив перспективність, відновленню порошків оксидів заліза в магнітному полі ("флокс" процесу), раніше освоєному на Броварському заводі порошкової металургії. Доцільність проведення процесу відновлення в магнітному полі була показана ще раніше [53]. Альтернативою "флокс" процесу може бути відомий (розроблений цим же заводом) спосіб комбінованого відновлення, але що реалізується з використанням "неканонічних" насипних або брикетованих шихт, що містять порошковий розчинник, що усуває контакти відновлених частинок заліза, їх спікання і збиральну рекристалізацію і повністю відокремлюваний від них в процесі пневмокласифікації. В цьому випадку отримуваний порошок заліза може наслідувати дисперсність початкового порошку оксиду заліза. Пошук

складів шихт, що не спікаються, і технології розділення продуктів після відновлення є чисто інженерним завданням, що вирішується без істотних витрат. Тому розробка технологій відновлення порошків оксидів заліза з використанням шихт, що перешкоджають спіканню і збиральній рекристалізації відновленого продукту, тобто, що обумовлюють спадкоємство відновленим залізом початкового розміру часток оксиду, є досить перспективним напрямом. Доцільний розгляд цього напрямку разом із переробкою деяких сталевих відходів в порошок гідрооксиду заліза.

Також слід врахувати відому можливість активації спікання розпилених порошків заліза за допомогою введення в них вискодисперсних порошків. Так, в роботі [54] досліджували властивості спечених матеріалів, отриманих інжекційним формуванням сумішей розпиленого порошку заліза з добавкою 4 мас. % порошку міді і добавками (20 - 40 мас. %) порошку карбонільного заліза. Спечені зразки, що містять 30 мас. % останнього, мали відносну щільність, твердість, межу міцності при розтягуванні і відносне подовження рівні 83,87 %, 92,2 HRB, 315 МПа і 4 % відповідно. У роботі [55] описаний спосіб виготовлення, порошкових залізо-нікелевих матеріалів з підвищеною (95 %) щільністю і гомогенною структурою за допомогою додавання до порошку заліза 0,2 - 0,3 мас. % ультрадисперсного нікелю при одноразовому пресуванні суміші і спіканні пресовок при 1200 °C. У роботі [56] тих же авторів досліджено додавання до розпорошеного залізного порошку нікелю і міді разом з вуглецем (0,6 - 1,0 мас. %) і ультрадисперсним порошком оксиду цирконію (0,2 - 0,6 мас. %) того, що виконує роль зміцнюючої добавки. При одноразовому пресуванні цієї суміші при 700 МПа і вакуумному спіканні при 1200 °C міцність на розрив отриманого матеріалу складала 850 МПа. У роботі [57] представлені результати застосування нанопорошків хімічних сполук для підвищення якості і конструкційної міцності виробів, що виготовляються з чавуну, сталі і алюмінієвих сплавів. Застосування

нанопорошків нержавіючої сталі 316L активує спікання в умовах процесу SPS [58]. Таким чином, наявність дешевого високодисперсного порошку на основі заліза, що використовується як добавка, може не лише дозволити підвищити ущільнення розпилених порошків заліза, але і активувати їх спікання.

1.1.3 Суміщення операцій пресування – спікання порошкових матеріалів

Як відомо, термічна і хіміко-термічна обробка напилених газотермічних покриттів підвищує їх міцність і адгезію до підкладки, і у результаті, їх експлуатаційні характеристики [59]. Напилення газотермічних покриттів на неспечені або заздалегідь спечені пресовки з подальшим поєднанням остаточного спікання пресовок і відпалу напиленого шару перспективно, але практично не досліджено. Приведені варіанти поєднання операцій показують, що подвійне пресування – спікання, що дозволяє стабільно досягати високу щільність пресовок, може бути використане для виготовлення відповідальних виробів із захисними покриттями різного складу і морфології, що мають різний генезис: дифузійних, спечених з порошків, термооброблених напилених, спечено-дифузійних. Обумовлене генезисом різноманітність складів і морфології покриттів може дозволити реалізувати економію дефіцитних металів: хрому, нікелю, марганцю, молібдену, вольфраму, використовуваних для виготовлення спеціальних (у тому числі і порошкових) сталей і сплавів. Необхідність їх економії жорстко диктується вичерпанням запасів відповідних мінералів, і, щонайменше, обов'язком прогнозувати дуже високу ринкову вартість дефіцитних легуючих (і енергоресурсів) через 10-15 років.

Аналізуючи перспективи спрощення і здешевлення процесів порошкової металургії і розширення номенклатури виробів, що виготовляються, також

слід врахувати дві явні можливості: 1) усунення окремої операції отримання порошку заліза; 2) розробку способу отримання дешевого високодисперсного заліза.

Раніше І.М. Федорченко констатував, що хіміко-термічна обробка може бути ефективним методом підвищення експлуатаційних характеристик порошкових деталей [60]. Зокрема, він відмітив, що для науглецювання спечених пресовок, бажаною є пористість 18 – 22 %, що забезпечує десятиразове підвищення глибини науглецюваного шару порівняно з компактным матеріалом. Можна припустити доцільність поєднання вуглецювання і первинного відпалу пресовок, що мають після першого пресування таку пористість. Повторне пресування і спікання повинні забезпечити більше рівномірне розподілення вуглецю в щільному спеченому виробі. Щонайменше, ця схема не менш приваблива, ніж відома - введення в порошок заліза порошку цементиту спеціально отриманого наскрізним науглецюванням частинок заліза. Незважаючи на перспективність використання в порошковій металургії заліза хіміко-термічної обробки, підтверджену результатами масштабних досліджень [61], її практичне застосування є швидше виключенням, ніж правилом. Мабуть, ця ситуація практично нереалізована, у тому числі, і з наступних причин: окремо виконувані (несуміщені) операції завжди недостатньо вигідні, тільки деякі операції хіміко-термічної обробки можуть дати радикальний технічний і економічний вигаш. Останнє дозволяє досить упевнено вважати перспективним проведення другого спікання при підвищених (1200 - 1300 °C) температурах в парах металів (Сг, і можливо, Мп, Аl), іншими словами, вакуумного спікання, поєданого з процесами дифузійного насичення вказаними металами. Поєднання процесу спікання з вакуумним хромуванням може приводити до утворення щільної зовнішньої зони із сплаву залізо-хром. Великий практичний досвід вакуумного хромування різних сталевих

заготівель і деталей [62], може бути з успіхом використаний для виготовлення як заготівель, так і відповідальних порошкових виробів із зносо- і корозійностійкими захисними покриттями, тобто нових виробів з високими експлуатаційними властивостями. Слід врахувати, що підвищена (порівняно з компактным залізом) швидкість дифузії елементів, що насичують, в пресування з порошку заліза [59] обумовлюють їх перевагу і для вакуумної хіміко-термічної обробки.

Приваблива ідея поєднання операцій відновлення ущільненого в заготовку виробу порошку оксиду заліза із спіканням відновленого порошкового продукту є далеко не новою. Відновлений продукт має не лише високу пластичність, а й підвищену реакційну здатність [63]. Одним з ускладнених варіантів [64] такого поєднання є використання пресовок з порошків оксидів, відновлюваних до металевого стану. Отримані відновленням - спіканням брикети мають вузькі допуски на розміри і можуть використовуватися як в початковому високопористому стані, так і в щільному - після проведення додаткового пресування і спікання. Такий спосіб переділу порошку оксиду заліза у виріб має багато переваг, серед яких слід вказати високу пластичність повторно пресованого брикету, можливість нанесення на його поверхню порошкового шару, що перетворюється при спіканні в щільне захисне покриття. Основною проблемою може бути дрейф розмірів брикетів отримуваних при відновленні - спіканні. Для їх стабілізації, мабуть, може бути використаний такий простий прийом: як додавання в шихту деякої кількості порошку заліза, що може підвищити швидкість її відновлення і стабілізувати усадку отримуваних відновленням - спіканням брикетів. Цілком природно, що для реалізації розглянутого процесу переважне використання вискодисперсних і, головне, монодисперсних порошків оксидів заліза, тобто частинок, що мають практично однакову тривалість відновлення. Можливо такий спосіб може дозволити утилізувати

грубо подрібнену стружку сталей за допомогою її додавання в початкову шихту на основі оксиду заліза.

Кількість утилізованих зі значними втратами або витратами сталевих відходів у вигляді стружки в майбутньому залишатиметься великою. Повне перетворення їх в солі і, далі, в гідрооксиди з можливим одночасним отриманням енергії не представляє технічних труднощів. Окрім них є і небезпечні сталеві об'єкти, невіддатливі звичайним методам утилізації. Так, в ТОВ "Укрспецтехнология" (м. Дніпро) розроблена безпечна біотехнологія переробки сталевих корпусів застарілих боєприпасів в гідрооксид заліза, що реалізовується у водному середовищі [65, 66]. В основу технології покладена здатність деяких мікроорганізмів до окислення Fe^{2+} до Fe^{3+} і застосування розчину 3-хвалентного заліза, як сильного окисника для перетворення металевих корпусів виробів, у тому числі металобрухту в гідрооксиди металів. Після сушки і відпалу на повітрі при 650-750 °C гідрооксиди перетворюються на оксиди заліза – цінну сировину для отримання пігментів, феритів, порошків заліза і легованих сталей. В порівнянні з традиційними методами, ця технологія відрізняється порівняно низькими енерговитратами (не більше 0,4 кВт/ч на 1 кг металевого лому), а також можливістю як найповнішого і безпечнішого відділення механічних корпусів виробів від вибухових речовин.

Таким чином, технології переробки відходів в дисперсний порошок оксиду заліза можуть виявитися перспективними і масштабними і дати початок новому етапу отримання і використання відновлених порошків заліза; при цьому, виходячи з високої дисперсності отримуваних за гідрометалургійною схемою оксидів, найбільш прийнятне отримання з них мікронних порошків заліза.

Досить очевидно, що у міру зростання цін на енергоносії зростає збитковість заміни зношених деталей або їх енергоємного ремонту. Також

очевидно, що радикальне підвищення зносо- і корозійностійкості порошкових деталей можливо тільки при виготовленні їх із захисними покриттями, тобто з витратою дорогих матеріалів тільки на створення робочого поверхневого шару. Великий досвід в нанесенні покриттів, накопичений в Україні, забезпечує можливість розвитку цього напрямку виготовлення деталей з дуже високими функціональними властивостями.

1.2 Переваги та недоліки технологій порошкової металургії для отримання високощільних матеріалів

Можливості порошкової металургії заліза як за здатністю розширення виробництва виробів, так і за ефективністю адаптації до вимог ринку, що змінюються, в першу чергу, визначаються резервом її оперативних можливостей, іншими словами, кількістю і якістю напрацьованих технологій.

Незважаючи на безперечну перспективність приведених вище способів підвищення ущільнення порошків заліза, можна вважати, що можливості їх масштабного застосування в тому або іншому ступені обмежені і, що як і раніше, універсальним і стабільним за результатами, що досягаються, способом досягнення високої щільності, може бути подвійне пресування - спікання [67–69], що не пред'являє істотних вимог до якості порошку заліза. Подвоєння кількості операцій і комплектів прес-форм, що вимагається для його реалізації, перестане бути принциповою економічною перешкодою тільки у тому випадку, коли їх використання приведе до радикального (у 5 - 10 разів) і, відповідно, економічно вигідному підвищенню терміну служби виробів, що виготовляються, випуск яких може у результаті дати принциповий енерго- і ресурсозберігаючий ефект.

Підвищення щільності і, відповідно, міцності порошкових виробів, що визначає їх експлуатаційні властивості, залишається як і раніше

актуальною проблемою. Розглянемо основні тенденції в області підвищення щільності сирих пресовок на основі залізних порошків і визначимо деякі додаткові можливості її збільшення.

1.2.1 Вібраційне формування порошкових виробів

Ідеальний процес пресування повинен складатися з двох основних стадій: операції максимально щільного перекладання ансамблю частинок порошку і його подальшого ущільнення. Першою операцією може бути вібраційне пресування порошку заліза, що реалізовується при малих (~ 10 МПа) тисках, тобто без пластичної деформації частинок, і частоті 223 Гц протягом 5-15 секунд [70]. Встановлено, що застосування ультразвуку зменшує коефіцієнт тертя між матрицею та порошком, а також інтенсифікує процеси переукладки частинок за рахунок руйнування арок та містків [71]. При цьому експериментально визначено, що для забезпечення високої щільності необхідно розділяти процес вібрації та прикладання зусилля, що реалізується попереднім прикладанням вібрації до матриці з порошком протягом 5–10 сек і наступним прикладанням тиску [72, 73]. Цілком природно, що приведений варіант процесу ущільнення досить складний, не відповідає звичним нормам завантаження пресового устаткування і тому його застосування імовірно може бути економічно прийнятно тільки при виготовленні відповідальних складних виробів великого розміру; більш прийнятними є процеси ущільнення порошкових сумішей в стані їх неідеальної упаковки, близькому до стану вільного насипання.

У зв'язку з можливістю використання композитів на основі заліза доцільно торкнутися і відомих способів його спікання без використання силових прийомів формоутворення. Так, в роботі [74] описані схеми різної складності, що використовуються для спікання при надсолідусних

температурах розпорошених порошків швидкорізальної сталі в стані їх вільного насипання в керамічних формах. Цей спосіб, що виключає операцію пресування, дозволяє отримувати вироби складної форми, довгомірні, тонкостінні, біметалічні, а також в деяких випадках сполучати матеріал, що спікається з керамічними елементами.

Автори роботи [75] пресували залізний порошок Ancorsteel 85 НР в суміші з 2-7 % Ni і вуглецю при тисках 276-828 МПа і спікали отримані пресовки за температури ~ 1370 °С, внаслідок чого щільність пресовок складала 7,81-7,82 г/см³; а щільність - 7,5 г/см³ досягалася при спіканні при 1200 °С. Можна вважати, що введення добавок, що пригнічують рекристалізацію і підвищують міцність пресовок, може виявитися корисним прийомом при високотемпературному спіканні до високої щільності нелегованих порошків заліза.

Твердофазне спікання порошків заліза в стані утруски в керамічних формах, може бути доцільним тільки при усуненні їх наскрізної пористості, за допомогою заповнення пор твердими і міцними речовинами. У зв'язку з цим може бути доцільне продовження досліджень по просоченню спечених заготівель розплавами сірки, легкоплавких стекол або постановка досліджень за гідротермальним способом заповнення пор мінералами. Також слід врахувати відомий [76] аналог – просочення композитів розплавом сірки, що принципово підвищує їх характеристики міцності і корозійну стійкість.

1.2.2 Тепле пресування порошкових виробів

Однією з можливостей досягнення підвищеної щільності при одноразовому ущільненні порошку заліза є його тепле пресування [77–81]. Як показують експериментальні дані [82, 83], для досягнення приросту щільності рівного $\sim 0,2$ г/см³ при переході до підвищених (130 - 150 °С)

температур пресування потрібне виконання наступних умов: а) наявність у складі порошку заліза мастила досить в'язкого в умовах пресування, тобто таке, що не вичавлюється з щільних контактів і, відповідно, обумовлюючого максимально щільне перекладання частинок заліза в широкому діапазоні тисків пресування; б) використання порошку заліза з високою пластичністю і малим вмістом домішок, що знижують чутливість межі плинності матеріалу порошку до підвищення температури. Ця точка зору підтверджена авторами роботи [84], присвяченому теплій допресовці брикетів із залізного порошку і що переконливо показала практичну перспективність цього технологічного прийому (досягнута при теплій допресовці значення щільність складала $\sim 7,6 \text{ г/см}^3$). Приріст щільності, що досягається при теплом пресуванні залізного порошку, обумовлено кооперативним характером термічно активованої деформації системи порошок – мастило. Останнє не тільки полегшує взаємне переміщення частинок, що ущільнюються, але і знижує їх поверхневий натяг, полегшуючи тим самим, їх деформацію. Природньо, що обидва ефекти можуть бути реалізовані тільки при вдалому сполученні реологічних і фізико – хімічних властивостей мастила. Відомо, що термічно активовану ущільненість залізного порошку можливо сенсibilізувати введенням металевих добавок [85]. Так, введення легкоплавких металів, що знижують межу плинності при температурах теплового пресування дозволяє отримати практично безпористі брикети.

Хоча можливості теплового пресування за масштабом використання досить широкі, все ж вони дещо обмежені жорсткими вимогами до якості мастил і порошку заліза, яким не цілком задовольняє вітчизняний розпилений порошок; до того ж для реалізації процесу потрібне дороге спеціалізоване устаткування. По щільності, що досягається, тепле пресування також має обмеження, обумовлене необхідністю введення в

порошок мастила, що залишає 4–5 % пор після їх термічної газифікації при нагріві під спікання.

1.2.3 Повторна деформація порошкових пресовок

Одним із способів, що дозволяє збільшити щільність порошкових заготовок є застосування операцій повторної деформації, до яких відносяться статична допресовка, штамповка, ізостатичне та динамічне пресування [86–89]. Найбільш простим з технологічної точки зору є процеси повторного статичного пресування і штамповки, при цьому перед повторною деформацією проводять відпал пресовок за температурах вище температури рекристалізації заліза (700–800 °C).

Одне з перших згадувань терміну «допресовка» з'явилося в роботі при розробці залізо – графітових матеріалів в зв'язку із необхідністю зменшення вмісту графіту [90]. Повторне ущільнення пресовок дозволяє збільшити механічні характеристики готових виробів, що пов'язано як із зменшенням загальної пористості, так і з збільшенням площі міжчастинкових контактів. Подвійне пресування – спікання через недостатню міцність сталевого оснащення дозволяє реалізувати високу щільність тільки для обмеженого кола металевих порошків і недостатньо ефективно до сумішей порошку заліза, що містять велику кількість непластичних добавок. Проведення першого спікання також не завжди прийнятно через наявність в пресовці компонентів, що легко окисляються. Аналіз відомої номограми допресовки після відпалу попередньо отриманих брикетів [91] свідчить про очікуваний досягнутий приріст пористості при використанні чистого за домішками порошку заліза, який має зменшену схильність до нагартування.

Проведенням не холодної, а теплої допресовки [92] вихідних брикетів, можна не тільки усунути розшарування, але і трохи підвищити щільність.

Відомий [93] і інший шлях, що радикально вирішує проблему розшарування. Він полягає у використанні роз'ємної прес-форми особливої конструкції, що дозволяє регулювати процес випресовування брикету. З моменту, коли бічний тиск і тиск на пуансон стануть приблизно рівними, подальше їх зниження реалізують синхронно таким чином, що вони приходять до нуля одночасно. Використання зазначених технологічних підходів може бути прийнятним для проведення первинної (до відпалу) допресовки як досліджуваної, так і аналогічних важкоущільнюваних порошкових сумішей. Варто підкреслити, що в будь-якому випадку необхідне використання порошків заліза з високою здатністю до ущільнення, що підвищується при переході від холодного до теплого пресування.

Однак, проведення другої допресовки часто супроводжується розшаруванням пресовок, що перешкоджає можливості використання «резерву ущільнюваності». Відомі експериментальні дані, свідчать про те, що при пресуванні порошків заліза при усіх, здавалося б, факторах, що збігаються, має місце дрейф щільності одержуваних пресовок [94]. На думку В.Д. Джонса [13], ця розбіжність даних по щільності обумовлює некоректність порівняння даних, одержаних у різних лабораторіях через неврахування погано регульованого, але важливого фактору – зовнішнього контактного тертя. Неврахування даного фактору відбивається й на методиці ущільнення порошків заліза. Досить очевидно, що порошки, що мають різне (обумовлене їх чистотою по домішкам і дефектам) ущільнення мають різні коефіцієнти тертя по робочій поверхні прес-форми. Тому, очевидно, що ущільнення порошків заліза необхідно визначати в звичайних умовах пресування в закритій прес-формі, але при зовнішньому контактному терті, мінімізованому до такого значення, коли воно перестає бути значним фактором процесу ущільнення. Ця ситуація реалізується при фактичній рівності бруто і нетто тисків пресування.

Тому, очевидно більш коректно враховувати не щільність, а резерв ущільненості, що виявляється у вище згаданих умовах, коли внутрішня властивість системи (порошку, суміші) не залежить від зовнішніх впливів.

Зрозуміло, що поняття «резерв» передбачає наявність обставин, що як перешкоджають, так і сприяють виявленню (реалізації) цього резерву. Очевидно, що методика виявлення резерву ущільненості порошкових ансамблів повинна задовольняти двом основним вимогам:

- пресування повинне проводитися при тому значенні зовнішнього контактного тертя, коли воно не впливає на реалізовану щільність;
- пресування системи, що випробується (порошку заліза чи його суміші) повинне проводитися разом із пресуванням еталонної ідентичної системи.

Остання повинна задовольняти вимозі високої і стабільної ущільненості, що, у свою чергу, повинна бути обумовлена постійним хімічним складом порошку і мінімальним вмістом у ньому структурних дефектів.

1.3 Застосування деформації зсуву при ущільненні порошкових матеріалів

Підвищення щільності виробів із залізних порошків можливо і при удосконаленні схеми вантаження при пресуванні. Зокрема, використання зсуву при ущільненні [95] може виявитися ефективним і при теплому пресуванні. Так, порошки нанокристалічного сплаву Fe - 1 % Zr, отримані методом механічного легування, ущільнювали методом кручення під високим тиском при 540 °C, з отриманням зразків оксидів, що містять включення, і карбідів, з щільністю до 96 % від теоретичної. Розмір зерна в матеріалі не перевищував 70 нм і залишався стабільним при нагріві до 700°C. Напруга руйнування отриманого матеріалу мала величину 1 ГПа, а мікротвердість – 7,5 ГПа [96]. Порівняння результатів цієї роботи з

відомими даними [97, 98] свідчить про істотний вклад деформації зсуву в досягнення високої (до 96%) щільності. Заявлений спосіб [99] з'єднання або виготовлення деталей з щільністю більше 90 % від теоретичної, що передбачає дві операції ущільнення: спочатку додаток напруги зсуву при 5 -50 МПа до розташованого в матриці порошку при одночасному пропусканні через нього змінного струму (1 – 20000 А), а потім прикладання напруги стискування (1 - 2000 МПа) також при пропусканні струму. Своєрідний варіант використання деформації зсуву був вдало використаний і при динамічному холодному пресуванні мало пластичного порошку швидкорізальної сталі [100].

Раніше [101] експериментально встановлена закономірність твердофазної полімеризації органічних речовин (мономерів) в умовах деформації зсуву і високого тиску, що полягає в тому, що ступінь перетворення мономера в полімер визначається деформацією зсуву. Показаний вплив високого тиску і зсуву на електропровідність композицій полімер-метал. Встановлено, що стрибкоподібне зниження їх електричного опору реалізується не лише в умовах об'ємного стискування, але і при спільній дії високого тиску і зсуву, проте, в останньому випадку потрібно менші тиски.

Детальне дослідження спікання мікропорошків вюрцитного нітриду бору (BNв) в камерах високого тиску, приведене в роботі [102], зачіпає два прояви впливу стискування і зсуву на досліджувану речовину. Порівняння результатів попередньої дії при кімнатній температурі на порошок одноразового стискування в камері високого тиску і 3-4-разового пропускання порошку через прокатні валки (стискування із зсувом) показало, що дія зсуву, по-перше, призводить до великого подрібнення порошку, по-друге, знижує на 100-200⁰С початок переходу вюрцитної фази BN в її сфалеритну фазу і, відповідно, прискорює цей перехід при

подальшому гарячому обтисканні порошку в камері високого тиску. Встановлено, при цьому перехід BNв в BNсф здійснюється по основному механізму – пошаровому зсуву. Діючими силами перетворення згідно концепції автора цитованої роботи є хімічна - різниця вільних енергій фаз BN в Р–Т умовах навантаження і "нехімічна", обумовлена напругою зсуву.

Результати роботи [103] підтвердили більше ранні дані інших авторів, що показали сильний вплив деформації зсуву на фазові перетворення, що зокрема обумовлюють зниження тисків, при яких протікає фазове перетворення і, що в деяких випадках, дозволяють отримувати нові фази, що не утворюються без деформації зсуву. Завдяки розробці унікального апарату високого тиску із зсувом, автори роботи [103] отримали інформативні результати при дослідженні впливу величини зсуву на фазові перетворення в хлористому калії, що використовувався як модельна речовина; зокрема, було встановлено, що поліморфне перетворення B1 - B2 не спостерігається навіть при значних (до 90°) повороту ковадла, проте при підвищенні тиску до 1,5 ГПа фазовий перехід має місце при певному куті повороту ковадла. Крім того, поворот ковадла і, отже, реалізація деформації зсуву призводить до утворення твердішої фази з великою межею міцності. При дослідженні впливу деформації зсуву на пластинку піролітичного нітриду бору, що містить до 95 % ромбоєдричної фази BN було встановлено, що при тиску вище 5,6 ГПа в її центрі протікає миттєвий мартенситний фазовий перехід, що супроводжується акустичною емісією і стрибкоподібною об'ємною зміною. Світлопроникність навантажуваної пластинки різко знижується і вона набула чорного кольору; її твердість визначена методом мікроіндентування по Кнупу склала 49,6 ГПа, що свідчило про утворення надтвердої фази нітриду бору.

Авторами роботи [104] проведено дослідження перетворень в тонких шарах монокристалів кремнію р-типа за допомогою виміру зміни опору

його тонких шарів, прилеглих до відбитку алмазного мікроіндентора. Встановлено, що до моменту зупинки впроваджуваного в кремній мікроіндентору навколо нього ще знаходиться тонкий шар, в якому зберігається металева фаза з високою електропровідністю. Автори роботи [104] розглядають механізм утворення відбитку що залишається мікроіндентором при низьких температурах "як результат локальної фазової перекристалізації під індентором з утворенням металевої фази внаслідок виниклого при цьому високого гідростатичного тиску". Можна припустити, що цитоване положення недостатньо деталізоване. Наявність тертя між індентором і досліджуваним об'єктом повинно неминуче призводити до деформацій зсуву останнього в тонких шарах, прилеглих до індентора, тобто в них може реалізуватися поєднання стискування із зсувом.

Таким чином, відомі дані дозволяють припустити, що існує принципова можливість підвищення ущільнюваності порошків за допомогою удосконалення схем навантаження з використанням зсуву при пресуванні (у тому числі і теплом) сумішей, що мають понижений вміст мастила яке видаляється при нагріві.

1.3.1 Методи із застосуванням деформацій зсуву

Одними із перспективних методів виготовлення конструкційних матеріалів, які дозволяють отримувати дрібнозернисту структуру та високі фізико-механічні властивості є технології інтенсивної пластичної деформації (ІПД), що підтверджують роботи різних авторів [105–111]. Загальним недоліком методів ІПД є обмеження по конфігурації виробів, особливо при створенні деталей точної форми та розмірів. Перевагою методів є можливість використання стандартного пресового обладнання та створення виробів з унікальним комплексом властивостей, зокрема

поєднання високої механічної міцності і пластичності для широкого спектру металів.

Найбільш поширеним методом ПД є схема деформації крученням під високим тиском (відома як ковадло Бриджмена) [112]. Експерименти Бриджмена П.У. показали відмінність деформації металів при крученні і розтягуванні, що визначається характером їх зміцнення. Квазігідростатична деформація, що реалізується при високих тисках і деформації зсуву приводять до формування нерівноважних структур з висококутовими міжзереними границями. Іншим варіантом ПД є рівноканальне кутове пресування, наукові засади цього методу розробив Сегал В.М. [113, 114], за даною схемою зразок деформується в матриці за схемою простого зсуву із зміною різних напрямків при повторних деформаціях. Надалі розвинув ідеї деформації за схемою рівноканального кутового пресування Валієв Р.З. [115–117], дослідивши закономірності структуроутворення при отриманні зразків, він сформулював основні вимоги для отримання наноструктурних матеріалів, що мають висококутові міжзерені границі, однорідні по всьому об'єму, що не мають механічних дефектів та тріщин не залежно від ступеня деформації та кількості циклів. При цьому, основною проблемою при деформації за схемою рівноканального кутового пресування є саме руйнування заготовки після певної кількості проходів крізь матрицю, оскільки деформації відбуваються при температурах нижче за температуру рекристалізації металу. Тому необхідно ретельно контролювати технологічні параметри процесу, щоб забезпечити пластичне формозмінення заготовки [118].

Схема деформації близька до рівноканального кутового пресування, реалізована в роботах Маркушева М. В. [119, 120]. Відмінністю цієї схеми полягає в тому, що разом із зсувом в зоні перетину каналів, заготівка змінює свій поперечний переріз, за рахунок осадки. Тобто, в цьому випадку

реалізується декілька схем деформації за одне пресування і досягається більший ступінь подрібнення структури за меншу кількість циклів.

Перспективним способом ППД є гвинтова екструзія, що розроблена Бейгельзімером Я.Е [121]. Її суть полягає в тому, що призматичний зразок пропускають крізь матрицю з каналом, що містить дві призматичні ділянки, розділених порожниною гвинтової форми. В ході деформації зразок зберігає початкові розміри перетину при інтенсивному зсуву. Це дозволяє здійснювати багаторазову екструзію з метою накопичення великих деформацій, що дозволяє інтенсивно «перемішувати» матеріал і створює засади для формування наноструктури та формування нових фаз. При цьому автор запропонував теорію «вихорів», згідно якої в процесі інтенсивної пластичної деформації в металах відбуваються стаціонарні ротаційні рухи, подібно турбулентним рухам рідини [122]. Основною причиною виникнення «вихорів» у некомпактних матеріалах є розвинений поровий простір і саме це обумовлює відмінність у механізмах зміцнення компактних і пористих матеріалів [123].

Комбіноване поєднання процесу екструзії і гвинтового пресування з додатковим відпалом було реалізовано в роботі [124]. Деформаційна обробка легованої сталі 09X2C комбінованим впливом привело до збільшення міцності та зниження пластичності.

Іншим комбінованим способом інтенсивної пластичної деформації є крутіння та розтягування заготовки із зміною напрямку обертання на протилежний [125]. Показано, що при такій схемі навантаження реалізуються водночас механізми фрагментації структури та рекристалізації, внаслідок виникнення теплових ефектів в процесі деформації.

1.3.2 Гаряче кування матеріалів

Перспективна технологія всебічного гарячого кування використовується переважно для компактних металевих матеріалів [126–

128] і практично не застосовується для порошкових об'єктів. Схема всебічного гарячого кування поєднує операції осадки, кантовки та протягування, завдяки чому пригнічується деформація в об'ємі матеріалу із рекристалізованою структурою. Через нерівномірне розподілення поля швидкостей деформації в об'ємі заготовки при кожному переході деформуються нові нерекристалізовані об'єми, що забезпечує повну рекристалізацію мікроструктури всього матеріалу. При цьому необхідно підбирати ступінь деформації таким чином, щоб забезпечити розвиток динамічної рекристалізації і запобігати контактному тертю при збереженні механічної стійкості. Перевагою даного методу є можливість його багаторазового відтворювання, що забезпечує необхідну деформацію в усьому об'ємі заготовки.

В роботах Салищева Г.А. [129–131] досліджено процеси ізотермічного кування компактних матеріалів і показано, що фрагментація структури досягається за рахунок поступового зниження температури деформації, що проводиться в ізотермічних умовах. При цьому формування більш дрібних зерен підвищує технологічну пластичність матеріалу та забезпечує можливість його подальшої деформації без руйнування при більш низьких температурах [132]. Так, наприклад, застосування ізотермічного кування дозволило знизити надпластичність титанових сплавів на 250–300⁰С [133]. Листи із двофазного титанового сплаву ВТ-6 товщиною 400 мкм, піддавали ізотермічному куванню з наступною ізотермічною прокаткою, що забезпечило середній розмір зерен 200 нм. При цьому, збереження рівновісності зерен та розмиття текстури підтверджує механізм деформації шляхом зернограничного проковзування. Таку поведінку автори пов'язують із прискореним ростом зерен в процесі надпластичної течії [134].

Критичний аналіз світової літератури свідчить, що інформація стосовно застосування схем інтенсивної пластичної деформації для порошкових композиційних матеріалів є обмеженою. При цьому, застосування гарячого кування порошкових матеріалів може забезпечити створення нерівноважних структур з подрібненим зерном, що досягається за рахунок реалізації механізму одночасної дії нормальної деформації та деформації зсуву. Завдяки наявності деформації зсуву можна отримати компактні матеріали без використання високотемпературного нагріву, до того ж, зміна напрямку деформації під час кування дозволяє крім подрібнення структури, суттєво підвищити параметри зміцнення матеріалу.

Гаряче кування [135, 136] порошкових брикетів і порошків, що розміщуються в сталевих капсулах, досліджувалося переважно при виготовленні щільних заготовель і деталей з вольфраму і молібдену [137-140]. Розробка безпористих щільних сплавів і композитів з порошкових сумішей на основі порошку заліза часто зв'язана з незадовільними результатами пресування і спікання брикетів з цих сумішей. Ці перешкоди принципово можуть бути здолані застосуванням при їх виготовленні, різних способів гарячого ущільнення, у тому числі гарячого кування.

Слід зазначити, що фундаментальні основи гарячої обробки тиском пресовок і порошків були закладені в роботах Ю. Г. Дорофєєва і М. С. Ковальченко [141, 142]. До числа інших досліджень можуть бути віднесені статті [143, 144], присвячені гарячому куванню спечених сплавів на основі заліза. Відома, також, робота по ізотермічному гарячому куванню кераміки, пов'язана з процесами отримання ультрадрібнозернистих структур в матеріалі [145].

1.4 Термодеформаційна обробка порошкових матеріалів

Найбільш ефективними методами обробки, що забезпечують високі значення фізико-механічних властивостей порошкових матеріалів є технології, які включають до себе термодеформаційну обробку заготовок. При цьому схеми деформації повинні забезпечувати, при обробці тиском пластичне формозмінення і повне ущільнення зразків без їх руйнування. Традиційними технологіями, які забезпечують отримання порошкових матеріалів із високою щільністю є статичне гаряче пресування, динамічне гаряче пресування, гаряча штамповка, гаряче ізостатичне пресування, гаряча прокатка тощо [146-150].

Метод статичного гарячого пресування є варіантом холодного статичного пресування, і фактично поєднує у собі пресування і спікання заготовки шляхом нагріву за температуру вище температури рекристалізації матеріалу порошку [151, 152]. На відміну від холодного статичного пресування, гаряче пресування характеризується більшим часом витримки під тиском, що необхідно для повноцінного проходження процесу спікання виробу [153]. При цьому, наявність зовнішнього тиску обумовлює скорочення часу спікання, порівняно із процесами вільного спікання. Основними перевагами гарячого пресування є висока щільність отриманих виробів, при значно менших тисках пресування і скороченні часу ізотермічної витримки. Недоліками даного методу є низька продуктивність, а також низька стійкість графітової прес-оснастки, що обмежує його застосування у виробничій практиці.

Недоліки гарячого пресування частково долаються в технології SPS (spark plasma sintering) електророзрядного або іскро-плазмового спікання [154–156]. Основною відмінністю гарячого пресування від методу SPS є те, що нагрів подається зовні і між центром та периферією заготовки створюється значний градієнт температур особливо для великогабаритних

виробів. Через температурну неоднорідність можливості гарячого пресування великих виробів обмежені, до того ж цикл гарячого пресування триває довше, оскільки необхідно чекати вирівнювання температури до моменту прикладання тиску. Процес електророзрядного спікання заснований на явищі електричного іскрового розряду, коли імпульс струму високої енергії миттєво створює іскрову плазму при високих локальних температурах між частинками порошку. Такий процес забезпечує випаровування домішок та оксидних плівок з поверхні частинок, чим значно підвищує швидкість консолідації матеріалу. Більш того, джоулево тепло, що концентрується на поверхні частинок забезпечує пластичну деформацію, яка сприяє досягненню високої щільності заготовок. Проте, метод SPS використовується переважно для обробки керамічних матеріалів, які в умовах вільного спікання мають високу залишкову пористість навіть при великому часі ізотермічної витримки [157, 158]. Даний метод може бути перспективним для порошкових металевих матеріалів, оскільки кінетика процесу (високі швидкості нагріву та малий час ізотермічної витримки), забезпечує утворення дрібнозернистої структури. Тобто структурні параметри матеріалу наслідують розміри вихідних частинок, що може бути використано для подальшої термомеханічної обробки таких матеріалів.

Метод динамічного гарячого пресування є різновидом гарячого статичного пресування [159]. Порівнюючи обидва методи слід зазначити, що при статичному гарячому пресуванні переважають процеси активованого (зовнішнім тиском) спікання, у випадку динамічного пресування на перший план виходить саме термомеханічний вплив на матеріал, і основними тут є процеси, що спостерігаються при ущільненні матеріалу і зварюванні тиском. Тобто, практично, основною відмінністю процесів є характер навантаження та кінетика процесу. Варіантами

динамічних методів формування є вибухове пресування та магнітно-імпульсне пресування, що проходять при великих динамічних імпульсах [160, 161]. Застосування нагріву для порошкових матеріалів, при високошвидкісному пресуванні, дозволяє збільшити можливості методу гарячого пресування для мало пластичних і крихких матеріалів. Так, застосовуючи одновісне пресування, було отримано пресовки із нанорозмірного оксиду алюмінію з пористістю менше 30 %, що спрощує формування наноструктури при послідовному спіканні [162]. В роботах Романа О.В. та Богданова А.П. були проведені комплексні дослідження високошвидкісного вибухового пресування металевих порошків [163–165]. Встановлено, що холодне швидкісне пресування титанового порошку не забезпечує високої щільності, отримані брикети мають велику кількість тріщин. Вибухове пресування даного порошку з нагрівом, що проводилось у герметичному контейнері, забезпечує щільність брикетів близьку до теоретичної. Результати визначення фізико-механічних властивостей вибухового пресування порошку електролітичного нікелю залежно від температури нагріву, показали відмінність у механізмах ущільнення брикетів. Механізм ущільнення вибуховим пресування при кімнатній температурі мало відрізняється від ущільнення при статичному пресуванні: частинки порошку ущільнюються за рахунок структурної деформації та переукладки. Нагрів до температур вище за температуру рекристалізації нікелю (800 – 1100 °С) забезпечує інтенсивну пластичну деформацію частинок порошку при вибуховому пресуванні та різке збільшення кількості металевих зв'язків, що підтверджується зменшенням питомого електричного опору отриманих брикетів близьке до електричного опору технічно чистого нікелю [166].

Одним із ефективних способів ущільнення порошкових матеріалів є індукційне магнітне пресування за схемою «магнітного молоту», де

імпульсне магнітне поле індуктору збуджує електромеханічні зусилля в металевій плиті, яка встановлена на амортизаторах, що дозволяє багаторазово діяти на порошок через певні проміжні часу [167]. Таким способом проводили пресування заготовок із порошку вольфраму і отримали щільність близько 14 г/см^3 без спікання, що відповідає пористості 26–27 %.

Прокатка є одним з традиційних способів деформаційної обробки як компактних заготовок, так і порошкових матеріалів [168]. Перевагою даного методу є технологічність методу та його висока продуктивність, основними недоліками є обмеження за конфігурацією виробів та висока пористість після одного циклу обробки. Застосування гарячої прокатки дозволяє підвищити щільність стрічок разом із збільшенням їх товщини і практично поєднує операції спікання та деформації виробів. Найбільш перспективний даний метод для обробки порошків із сплавів, що містять на поверхні частинок оксиди. Гаряча прокатка стрічки із залізного порошку товщиною 9 мм забезпечує щільність $7,45 \text{ г/см}^3$ і подовження 14 %, холодна прокатка даної стрічки збільшує її подовження лише на 2 % [169]. Гаряча прокатка також ефективно застосовується для обробки мало пластичних порошків титану, механічні властивості гарячекатаних стрічок показали високі значення межі міцності та пружності [170]. При цьому, для захисту титанового порошку від окиснення, під час прокатки, застосовують залізні оболонки, які успішно можна використовувати також для сплавів титану з міддю, хромом, нікелем, кремнієм тощо. Створення інтенсивної пластичної деформації порошку в умовах прокатки реалізується процесом асиметричної прокатки, що досягається різницею швидкостей валків [171]. Технологія асиметричної гарячої прокатки гранул на основі алюмінію дозволила мінімізувати кількість дефектів та збільшити механічні властивості стрічок [172].

Застосування захисних оболонок при деформації важкоуцільнюваних порошків застосовується і при гарячій штамповці, цей прийом був ефективно застосований Баглюком Г.А. при штампуванні швидкорізальної сталі [173]. Ефективність процесу штампування пористих матеріалів, яка в значній мірі визначається мінімізацією енергетичних і матеріальних витрат, істотно залежить від правильності вибору геометрії і пористості вихідної заготовки, а також схеми деформації, які повинні забезпечувати при обробці тиском пластичне формозмінення і ущільнення зразка без руйнування по найкоротшій траєкторії [174]. Механізми деформації порошкових матеріалів при гарячій штамповці в своїх роботах визначив Баглюк Г.А. [175], він показав відмінність пластичної течії пористих матеріалів і зміну форми заготовок, що є характерним для безпористого матеріалу, в порошкових відбуваються також незворотні об'ємні зміни [176]. Разом із звичайними для компактних матеріалів умовами течії металу, що визначаються наявністю вільної поверхні в заготовці, пористі матеріали можуть деформуватися у зачинених об'ємах, коли нормальні навантаження по всій поверхні тіла є стискаючими.

Хоча ступінь поперечної деформації порошкового тіла надає значний ефект на поведінку матеріалу в умовах деформації, щільність одержуваної структури і міцність матеріалу, проте в практиці штампування пористих заготовок найчастіше застосовується спосіб при якому заготовка є близькою до форми штампу. Таким чином, при використанні схем штампування, які забезпечують швидкий перехід від схеми одновісного стиснення до схеми нерівномірного всебічного стискання, зменшується ймовірність появи тріщин на бічній поверхні заготовок. У той же час, при реалізації такої схеми навантаження виробу, отримані допресовкою при відсутності значних поперечних деформацій, зазвичай мають залишкову пористість близько 2% [177]. Це пояснюється тим, що найбільш інтенсивно

закриття пор відбувається як раз при зсувних деформаціях, а при звичайній гарячій допресовці в закритому штампі зсувні деформації зведені, як правило, до мінімуму. Не дивлячись на безперечні переваги гарячої штамповки, для отримання високо щільних порошкових виробів з високим рівнем фізико-механічних властивостей, метод обмежений у виробничій практиці через високу вартість штампів.

Перспективним способом деформації матеріалів без застосування штампового інструменту є вільна осадка, що використовується для обробки багатотонних сталевих слябів [178]. Недоліком осадки можна вважати значну зміну форми заготовки та неоднорідність деформації, що приводить до тріщин. Неоднорідність деформації при осадці викликає накопичення додаткових напруг, що змінюють основну схему напруженого стану, таким чином, що в деяких областях тіла можуть з'явитися розтягуючі напруження, які визначають розвиток бочкоподібності [179]. Процес вільного осадження порошкових заготовок має багато спільного із осадженням компактного матеріалу, проте наявність пористості обумовлює відмінність пластичної течії пористих матеріалів. Для порошкових матеріалів коефіцієнт Пуасону менше 0,5 під час деформації і, відповідно, радіальне розширення менше ніж для компактного [180]. Тобто пористість в даному випадку виконує позитивну функцію зменшуючи бокову деформацію зразків, що знижує розтягуючі напруження. Але водночас, пористість перешкоджає пластичної течії матеріалу, що неоднозначно впливає на утворення периферійних тріщин під час вільного осадження зразків. Проте, холодна вільна осадка порошкових заготовок забезпечує, при відносно невеликих зусиллях, зниження пористості до 2–4 % [181–185], що пояснюється найбільш інтенсивним закриттям пор, яке ефективно відбувається саме при зсувних деформаціях. Одним з параметрів, який необхідно враховувати при вільній осадці є коефіцієнт тертя заготовки о плити пресу. Вплив сили

тертя при осадці пористих заготовок може приводити до нерівномірного розподілення щільності у напрямку, нормальному до тиску пресування, що ускладнює перерозподіл матеріалу у заготовках з невеликою висотою по відношенню до розміру у поперечному напрямку [186]. Наявність сил контактного тертя приводить до перерозподілу матеріалу, при цьому щільність збільшується у центральній частині заготовки, периферія ущільнюється значно менше. Даний недолік можна подолати шляхом застосування пластичних оболонок, які частково обмежують деформацію порошкової заготовки у радіальному напрямку.

Ефективним методом термодетонаційної обробки, що забезпечує максимальну щільність порошкових пресовок є вільна гаряча осадка. Показано, що гаряча осадка з великими поперечними деформаціями (більше 20 %), дозволяє при відносно невеликих тисках, отримати порошкову нержавіючу сталь X13 з пористістю менше 2 % і високим рівнем фізико-механічних властивостей [187].

Останні роки в практиці порошкової металургії активно розвивається метод гарячого ізостатичного пресування (ГІП), що застосовується для отримання високощільних порошкових виробів складної форми [188, 189]. Якщо раніше ГІП використовували переважно для виробництва синтетичних алмазів, тугоплавких матеріалів та елементів ядерного палива [190], то згодом цей метод ефективно почали застосовувати для обробки швидкорізальних порошкових сталей у формі заготівель для наступного кування і прокатки, а також для фасонних виробів із жаростійких сплавів [191].

На сьогоднішній день прогнозується збільшення виробництва деталей методом ГІП за розмірами та формою близькими до кінцевих виробів, а також для додаткового ущільнення деталей, що отримані методом інжекційного формування – Metal Injection Molding (MIM) [192].

Наприклад, більшість деталей стрілецької зброї, а також медичного призначення виготовляють методом інжекційного формування [193–195], однак недоліком методу МІМ є залишкова пористість, що залишається після видалення зв'язуючого. Тому, стає необхідність операції доушільнення, що можливо тільки застосуванням гарячого ізостатичного пресування у оболонках, оскільки виробі мають складну форму.

Цілком можливо, що така комплексна обробка буде застосовуватись і при виробництві прецизійних деталей отриманих методами адитивного виробництва (АМ – Additive Manufacturing) [196–198]. В останні роки технології адитивного виробництва знаходять все більше застосування в таких галузях як медицина, аерокосмічна промисловість, машинобудування, електроніка та військовий промисловий комплекс [199, 200]. До безперечних переваг АМ відноситься повна автоматизація процесу виготовлення складних деталей, скорочення кількості операцій та зниження собівартості прецизійних виробів із жаростійких та титанових сплавів. Фактично технології АМ діляться на дві групи за способом формування шару: Bed Deposition и Direct Deposition, перший спосіб, це формування шару за допомогою нагріву різними джерелами енергії, лазером або електронним променем (SLS, SLM, SLA, EBM), за другим способом метал осаджується безпосередньо в точку куди підводиться енергія (LENS, WFLB, WAAM) [201]. Другий спосіб вважається більш продуктивним, оскільки в якості витратних матеріалів застосовуються наплавочні дроти, що дозволяє створювати великогабаритні вироби, однак недоліком даного способу є менша геометрична точність виготовлення деталей [202]. Одним з найбільш поширених способів є метод селективного лазерного плавлення SLM, дана технологія дозволяє отримувати вироби різної конфігурації і, головне, з різною регульованою системою внутрішніх порових каналів, що забезпечує можливість створення матричних композитів із біметалів.

Проте, не дивлячись на переваги технологій АМ, вони мають певне обмеження через високу вартість установок, високі вимоги до порошків (висока чистота поверхні, сферична форма та розміри частинок менше 50 мкм), а також залишкова пористість і високі напруження між шарами [203]. Зазвичай питання залишкових напружень знімається операцією термічної обробки, проте залишається остаточно пористість. Одним з перспективних технологічних рішень, що дозволяють позбутися водночас залишкової пористості і залишкових напружень після технології АМ є застосування ГП [204]. В даній роботі після селективного лазерного плавлення жаростійкого сплаву Inconel 718 проводили гаряче ізостатичне пресування при температурі 1150°C з витримкою 2–4 години під тиском 140–160 МПа. Порівняння структур матеріалів після ГП і термічної обробки показало, що застосування гарячого ізостатичного пресування сприяло закриттю пор і мікротріщин, а також гомогенізації структури. Механічні характеристики зразків дещо схожі між собою, проведення термічної обробки після ГП приводить до підвищення пластичності і ударної в'язкості матеріалів [204].

1.5 Інфільтрація пористих каркасів металевими розплавами

Одним із способів виготовлення порошкових деталей, що характеризуються безпористим станом, і, відповідно, мають високі фізико-механічні характеристики є інфільтрація пористих каркасів розплавами легкоплавких металів [205]. Інфільтрація пористих каркасів є ефективним способом отримання композитів з високим рівнем фізико-механічних властивостей, що обумовлено можливістю керування складом, структурою та формою готових виробів. Основні роботи, що стосуються інфільтрації пористих каркасів алюмінієвим розплавом пов'язано з використанням керамічних матриць на основі оксиду алюмінію та карбиду кремнію [205–208]. Серед робіт по просочуванню металевих каркасів можна виділити

дослідження по інфільтрації алюмінієм пористих нікелю та титану, останній ефективно застосовується для створення композиційних матеріалів медичного призначення [209–211].

На сьогодні достатньо повно вивчено процеси інфільтрації пористих спечених залізних каркасів сплавами на основі міді, срібла, магнію та інших легкоплавких металів [212, 213]. Дослідження процесу просочування залізних каркасів розплавом алюмінію має практичне обмеження через погану змочуваність заліза алюмінієм [214]. Так, автори роботи [215] намагалися просочити залізний каркас алюмінієм шляхом занурення у рідкий розплав. Проте, через активну взаємодію між залізом та алюмінієм, відбувалося утворення інтерметалідних фаз (зокрема FeAl_3), що приводило до зачинення пор і припинення просочування. В роботі [216] проведено примусове просочування залізного каркасу алюмінієм у автоклаві під тиском 10 МПа шляхом подачі стисненого аргону у камеру автоклаву. При цьому відбувалося заповнення пор розплавом алюмінію, однак в структурі матеріалу спостерігалася значна кількість інтерметалідних фаз, що підвищило твердість та окрихчило матеріал. До того ж, залишкова пористість композитів склала 15–18 %, що також негативно впливає на властивості матеріалу. Тому, розробка каркасних композитів на основі залізної матриці просоченої алюмінієм, представляє як науковий інтерес, так і практичний, оскільки такі матеріали володіють комплексом властивостей, що поєднують високі механічні та теплофізичні характеристики [217–219].

1.6 Висновки

Аналіз інформації, що стосується ущільнення порошкових систем, визначив різні підходи, що забезпечують отримання безпористих металевих та металокерамічних матеріалів з високими фізико-механічними

властивостями. Основні напрямки, що застосовуються сьогодні в порошковій металургії, для забезпечення високощільних матеріалів різного функціонального призначення, здатних працювати в екстремальних умовах експлуатації, тобто володіють необхідним комплексом характеристик міцності, твердості та іншими спеціальними властивостями, полягають у забезпеченні високої якості порошків і застосуванні нових технологічних рішень. Безумовно, підвищення здатності порошків до ущільнення, тобто проведення підготовчих операцій рафінуючого відпалу, обкатування, оброблення кислотами для зміни морфології, або легування спеціальними легуючими, частково вирішує задачу створення високощільних порошкових об'єктів. Проте, в реальних умовах необхідно оперувати тими порошковими системами, які існують, що обумовлює необхідність розробки нових комбінаторних способів створення порошкових матеріалів з високою щільністю. Виходячи з аналізу сучасної інформації про створення порошкових об'єктів високої якості, було сформульовано наступні задачі:

1. Дослідити процес плакування залізних порошків металевими покриттями, як один із способів зміни фізичних та технологічних властивостей порошків та проаналізувати ефективність такого підходу на процес ущільнення композиційних порошків.
2. Дослідити процес допресовки порошкових систем в умовах статичного пресування і встановити основні фактори, що впливають процес ущільнення пресовок на основі пластичних та крихких матеріалів.
3. Дослідити гібридні схеми ущільнення порошкових систем шляхом порівняння результатів ущільнення пресовок в камері високого тиску та вільною осадкою.
4. Провести комплексні дослідження отримання високощільних порошкових матеріалів на основі заліза методом гарячого торцевого

вільного кування та встановити механізми збільшення механічних властивостей порошкових матеріалів різного функціонального призначення.

5. Дослідити процеси інфільтрації пористих залізних каркасів отриманих методами порошкової металургії, в тому числі із застосуванням технологій 3D друку, розплавом на основі алюмінію в умовах градієнту тиску.

6. Розробити технологічні процеси створення композитів з використанням відходів металообробки шляхом термдеформаційної обробки та інфільтрації пористих каркасів.

РОЗДІЛ 2

ВПЛИВ ПЛАКУВАННЯ НА ХІМІЧНІ, ФІЗИЧНІ ТА ТЕХНОЛОГІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПОРОШКІВ ЗАЛІЗА

Одним з підходів, що забезпечує високі характеристики порошкових виробів це вдосконалення характеристик вихідних порошків. Найбільш ефективним способом, що покращує властивості залізних порошків є нанесення покриттів на поверхню частинок. В практиці порошкової металургії з'являються нові тенденції і напрямки створення спеціальних плакованих порошків [220]. Плакування порошкових частинок є перспективним способом отримання матеріалів з заданими властивостями і структурою. Роботи по розробці плакованих залізних порошків знаходять все більший розвиток у дослідницькій і виробничій діяльності провідних лабораторій і фірм передових країн світу. Такий підхід забезпечує не тільки зміну фізичних та технологічних характеристик порошків, а й зміну хімічного складу, що виключає необхідність операції додаткового легування порошку [221 – 224].

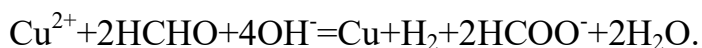
2.1 Вплив плакування міддю на характеристики залізного порошку

Плакування вихідних розпиленних залізних порошків реалізовано методом хімічного осадження у спеціальних ваннах, шляхом відновлення солей металів на поверхню частинок порошку залізу [225–230]. Одним з найбільш розповсюджуваних легуючих елементів для конструкційних порошкових матеріалів на залізній основі є мідь, яка покращує механічні властивості та регулює усадку при спіканні виробів.

Використовували розпилений водою порошок залізу марки ПЖРВ 200.28 із середнім розміром частинок 100 мкм, як джерело міді використовували сульфат міді $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, комплексоутворювач – гліцерин, в якості лугу – їдкий натрій, відновлювач – розчин формальдегіду ($30\text{--}40 \text{ мг/дм}^3$). Було встановлено, що головними факторами, що впливають на протікання реакцій і осадження покриття на частинки залізного порошку, є склад і рН розчину [231]. Основними перевагами хімічно осаджених мідних покриттів є те, що процес здійснюється при кімнатній температурі. При цьому хімічно осаджена мідь більш еластична порівняно з іншими хімічними покриттями і може служити як самостійним видом покриття, так і підшаром під інші покриття. Процес осадження оснований на відновленні міді з її комплексної солі формаліном у лужному середовищі. Для приготування розчину використовували дві ємності. В одній ємності в одному обсязі дистильованої води розчиняли сульфат міді, в інший – у відповідній пропорції дистильованої води – розчиняли їдкий натрій і гліцерин. Потім перший розчин виливали в другий, ретельно перемішуючи. При додаванні розчину лугу з гліцерином до розчину сульфату міді спочатку випадає осад гідроксиду міді, який потім реагує із гліцерином з утворенням темно-синього розчину гліцерату міді. Підготовлений таким чином розчин може зберігатися тривалий час. Формалін заливається безпосередньо перед початком міднення. У розчин також, вводили додатково стабілізуючу добавку, яка запобігає відновленню міді в об'ємі розчину і сприяє її максимальному осадженню на частинки порошку. Як стабілізатор використовували тіомочевину в кількості $0,1 \text{ мол/дм}^3$, яку вводили в ванну через кожні 30 хвилин роботи. Перед процесом плакування порошок заліза знежирювали у бензині, сушили на повітрі і загрузали в ванну для міднення. При цьому ванна оснащена мішалкою, яка обертається із частотою до 30 об/хв, що дозволяє перемішувати порошок

для забезпечення повного контакту частинок із розчином і досягнення рівномірного шару покриття.

Відновлення міді відбувається за наступною реакцією:



Встановлено, що відновлення міді залежить від концентрації солі міді в розчині, вмісту комплексоутворювача і збільшується з підвищенням $\text{pH} > 10$. Час осадження складав від 30 до 180 хв. Було отримано частинки залізного порошку з нанесеним шаром мідного покриття.

Результати хімічного аналізу наведені в таблиці 2.1 показали, що плакування міддю приводить до зміни хімічного складу залізного порошку. Композиційний порошок містить близько 4,5–5,0 % міді після осадження протягом 120 хв. Було встановлено, що в досліджуваному інтервалі часу кількість міді складає від 2,5 до 7,0 %. Така кількість відповідає вмісту повного розчинення міді в залізі при температурах спікання порошкових матеріалів на основі залізного порошку 950 – 1300 °С, згідно діаграми стану рівноваги подвійної системи Fe–Cu [232].

Таблиця 2.1 – Хімічний склад вихідних та плакованих міддю залізних порошків після осадження 120 хв

Елемент	Мас. частка, %	
	Fe	Fe–Cu
Fe	99.482±0.057	94.538±0.027
Cu	0.043±0.016	4.721±0.117
S	0.174±0.055	0.325±0.041
Інші	0.301±0.053	0.416±0.098

Таким чином, концентрація розчину для осадження забезпечує необхідну кількість міді у залізі і не перевищує межу розчинності. Така концентрація розчину в подальшому повинна забезпечити утворення твердих розчинів міді у α – Fe після спікання без інтерметалідних фаз і підвищити механічні властивості матеріалу.

Було встановлено, що частинки залізного порошку покриті шаром міді різної товщини, яка відрізняється залежно від часу осадження (рис. 2.1).

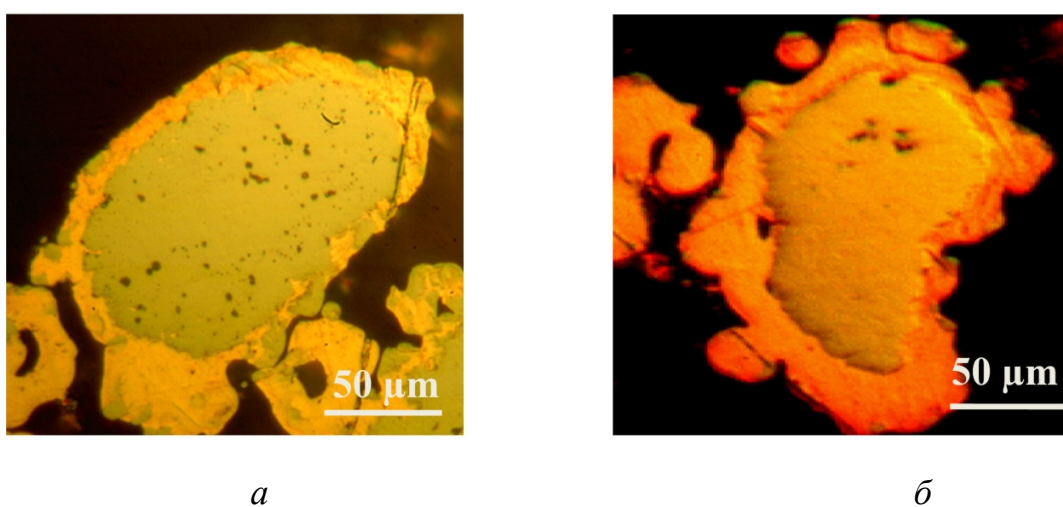


Рисунок 2.1 – Структура частинок залізного порошку плакованого міддю після різного часу осадження: *a* – 60 хв, *б* – 120 хв

Як видно з металографічного аналізу, плакування частинок залізного порошку приводить до зміни їх форми. Форма частинок стає більш наближеною до сферичної. При цьому, товщина покриття на різних частинках відрізняється навіть при одному часі осадження, що обумовлено різною поверхневою площею та формою вихідних залізних частинок. Так, на частинках з більш розвиненою поверхнею, спостерігається більш товстий шар покриття. Також спостерігається зміна рельєфу поверхні частинок, перед плакуванням частинки залізного порошку мають більш

розвинену неоднорідну поверхню, що обумовлено особливостями процесу кристалізації крапель розплаву при розпилюванні.

Плакування змінює морфологію поверхні залізних частинок зменшуючи їх шорсткість та згладжуючи рельєф (рис. 2.2).

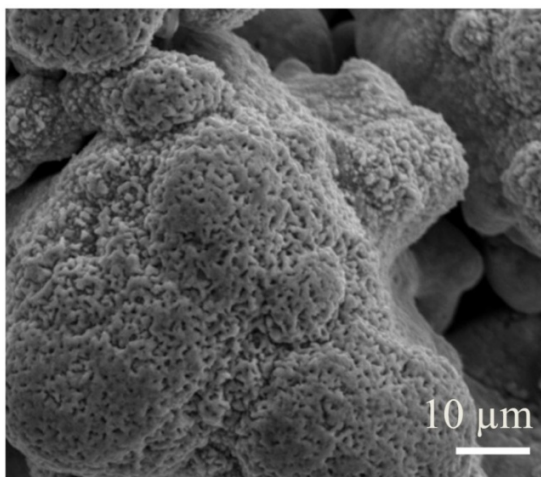
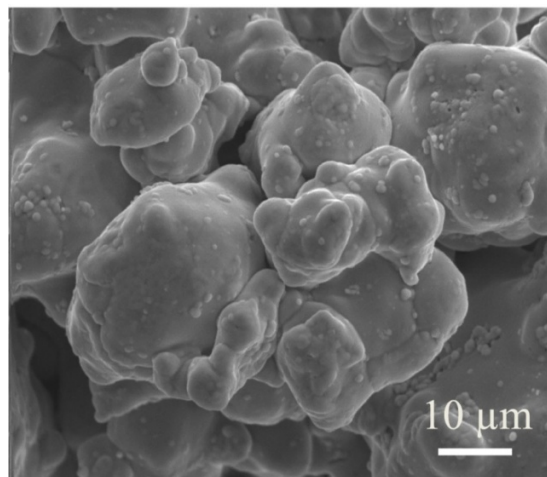
*a**б*

Рисунок 2.2 – Морфологія поверхні частинок: *a* – залізного порошку; *б* – залізного порошку плакованого міддю

Дослідження кінетики процесу осадження показало, що після 60 хв товщина покриття складає 12–15 мкм, збільшення часу до 120 хв приводить до зростання шару покриття до 18–22 мкм (рис. 2.3). Подальше збільшення часу не приводить до суттєвої зміни товщини покриття, що говорить про завершення процесу відновлення.

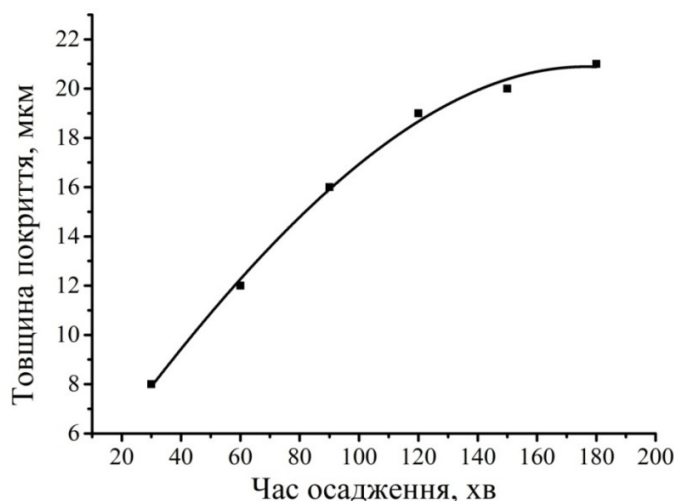


Рисунок 2.3 – Залежність товщини покриття від часу процесу осадження міді на частинки залізного порошку

Крім зміни форми частинок залізного порошку, при плакуванні відбувається також, зміна його розмірів за гранулометричним складом (рис. 4), який визначали за допомогою лазерного дифракційного аналізатору Malvern Mastersizer 2000 (Великобританія), управління якого здійснюється за допомогою стандартизованих протоколів вимірювань (SOP).. Як видно з рисунку 2.4 вміст основної фракції вихідного залізного порошку складає близько 8–9 % з розміром частинок 60–100 мкм. Плакування залізного порошку приводить до збільшення вмісту основної фракції до 10–11 % при розмірі частинок 80–110 мкм.

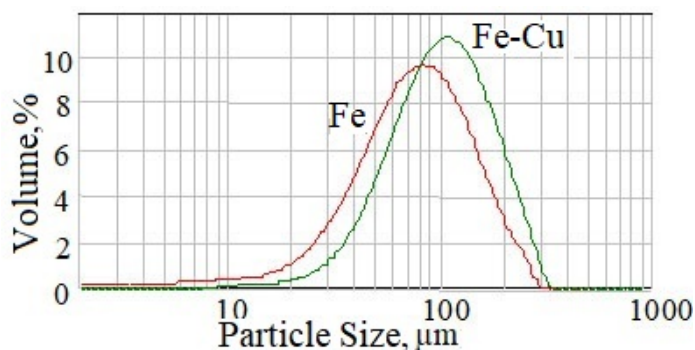


Рисунок 2.4 – Гранулометричний склад частинок вихідного залізного порошку та плакованого міддю

Форма та розмір частинок порошку обумовлюють його технологічні властивості такі як текучість та насипну щільність, які визначали за ISO 4490 та ISO 3923 для металевих порошоків. Результати вимірювань технологічних характеристик порошоків показали, що плакування залізу приводить до покращення текучості з 33–34 с/50 г до 28–30 с/50 г, а також до зростання насипної щільності порошку з 2,85–2,9 г/см³ до 3,12–3,15 г/см³.

Зміна фізичних характеристик залізного порошку визначає характер його ущільнюваності в процесі статичного пресування, що обумовлює створення компактних пресовок з низькою пористістю і, відповідно, з високою технологічною міцністю. На рисунок 2.5, а приведено залежність пористості порошкових брикетів від тиску пресування.

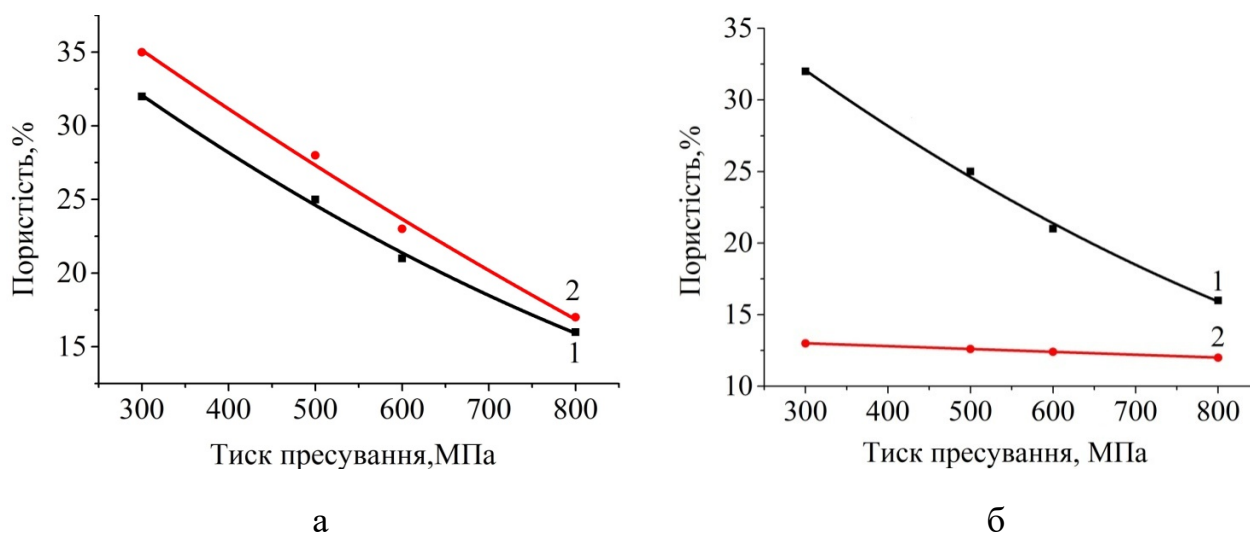


Рисунок 2.5. Залежність пористості порошкових брикетів від тиску пресування та допресовки: *а* – 1 – залізний порошок плакований міддю; 2 – вихідний залізний порошок; *б* – 1 – залізний порошок плакований міддю після пресування; 2 – залізний порошок плакований міддю після допресовки при 800 МПа

Як видно з рис. 2.5, а, плакування частинок залізного порошку зменшує пористість брикетів на декілька відсотків. При низьких тисках різниця значень пористості пресовок сягає 6–7 %. При збільшенні тиску пресування починаючи з 600 МПа різниця пористості зменшується до 1–3 %. Причина такої різниці пористості обумовлено відмінністю механізмів ущільнення пластичних металевих порошків при різних тисках. При низьких тисках пресування ущільнення відбувається за рахунок структурної деформації частинок, яка характеризується руйнуванням містків та перегруповуванням частинок. Відповідно, збільшення розміру частинок приводить до зменшення питомої поверхні, що сприяє кращому проковзуванню частинок порошку одна відносно іншої. При високих тисках пресування, основними факторами, що впливають на ущільнюваність порошків є пластичність матеріалу. Плакування залізного порошку міддю може підвищити пластичність матеріалу та покращити його деформацію. Для визначення впливу плакування міддю на ущільнюваність заліза було проведена повторна деформація порошкових брикетів шляхом їх статичної допресовки у розбірній прес-формі при одному тиску 800 МПа (рис. 2.5, б). Показано, що допресовка брикетів приводить до зменшення загальної пористості матеріалу до 11–13 %. При цьому допресовка брикетів при одному тиску приводить до вирівнювання їх пористості, незалежно від пористості брикетів після первинного пресування. Це пов'язано з тим, що допресовка ліквідує зону непропресовки центральної частини брикетів, яка є характерною для умов статичного пресування порошку у жорстких прес-формах та вирівнює щільність брикетів по висоті. Відносно невеликий приріст щільності брикетів після допресовки (5–6 %) пов'язан з тим, що допресовка проводилась без попереднього відпалу, який міг би підвищити пластичність брикетів.

Аналіз структури зразків отриманих із композиційного порошку

показав, що після пресування спостерігається консолідація частинок залізного порошку, оточених шаром мідного покриття (рис. 2.6). При цьому, як пресування, так і допресовка не приводять до руйнування покриття міді, яке зберігає суцільний шар навколо частинок заліза.

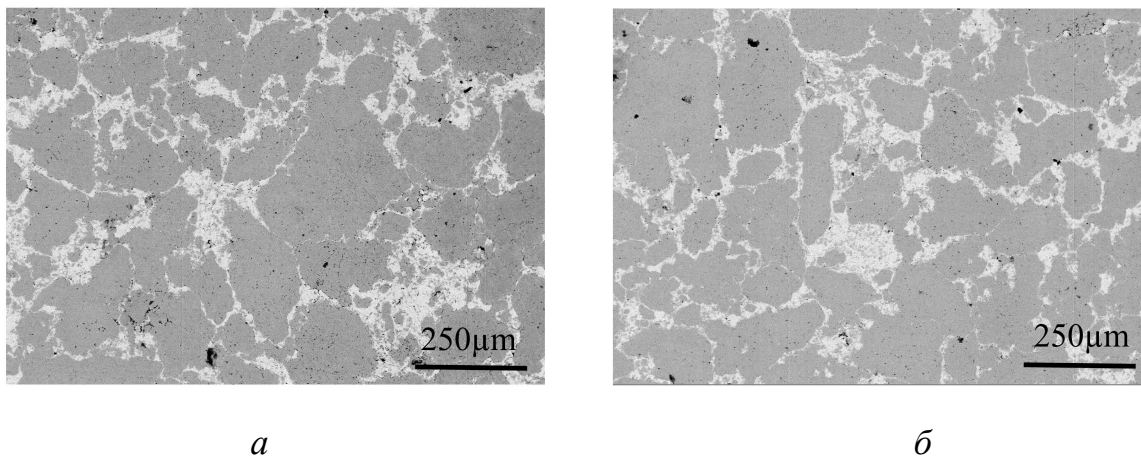


Рисунок 2.6 – Мікроструктура зразків на основі залізного порошку плакованого міддю: *a* – після пресування при 800 МПа; *б* – після допресовки при 800 МПа

Спiкання зразкiв при температурi 1150 °C протягом 1 години у вакуумi, приводить до ущiльнення матерiалу до пористостi близько 4–5 %, що вiдбувається в результатi рiдкофазного спiкання. При цьому спостерiгається витончення шарiв покриття внаслiдок дифузiї мiдi у залiзо (рис. 2.7).

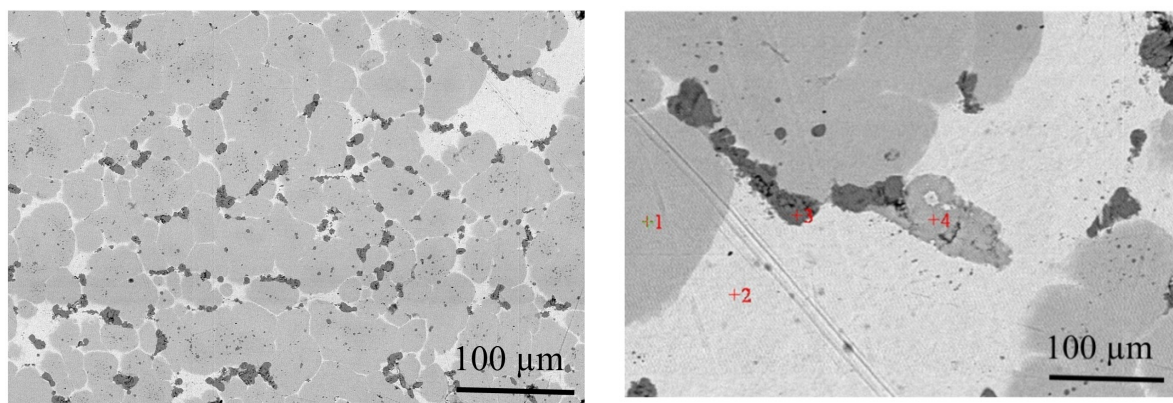
*a**б*

Рисунок 2.7 – Зразки на основі композиційного порошку після спікання при 1150 °С: *a* – мікроструктура матеріалу; *б* – рентгеноспектральний аналіз

Як показав рентгеноспектральний аналіз матеріалу (табл. 2.2), після спікання відбулося часткове розчинення міді у залізі з утворенням твердого розчину та збереження тонких шарів міді у структурі матеріалу. При цьому по границях взаємодії залізних зерен та міді спостерігаються прошарки насичені сіркою, що обумовлено режимами хімічного осадження міді із сірчаної солі.

Таблиця 2.2 – Хімічний склад матеріалу на основі композиційного порошку після спікання при 1150 °С

Елемент	Вміст, %			
	1	2	3	4
Fe	95.29	5.5	99.03	18.24
Cu	4.71	94.5	0.97	59.13
S	—	—	—	22.63

Утворення твердих розчинів міді в залізі зміцнюють матеріал, що розширює області використання порошкових виробів. При цьому

необхідною умовою, що забезпечує високі властивості матеріалу на основі залізу є обмеження кількості міді до 8 % згідно з діаграмою стану системи залізо – мідь. Метод хімічного осадження, який використовували дозволяє чітко корегувати кількість міді, яка осаджується на залізний порошок.

Результати випробувань фізико-механічних властивостей наведено в таблиці 2.3.

Таблиця 2.3 – Механічні властивості порошкових матеріалів на основі залізного порошку спечених при температурі 1150 °С, 1 годину, у вакуумі

№	Матеріал	σ_b , МПа	KCV, кДж/см ²	HRB
1	на основі вихідного залізного порошку	360	46	62
2	на основі залізного порошку плакованого міддю	320	61	79

Результати випробувань механічних характеристик показали, що матеріали із плакованих порошків мають високі значення міцності на згин та ударної в'язкості – 320 МПа та 61 кДж/см² відповідно. Хоча дещо поступаються міцністю матеріалам без плакування, що обумовлено зниженням пластичності після спікання та збільшенням твердості. Визначення твердості отриманих матеріалів показало, що матеріали на основі композиційних порошків мають твердість після спікання 78–80 HRB. Це практично на 20 одиниць більше ніж у спеченого за тих же режимах залізного порошку (60–62 HRB).

Питомий електричний опір спеченого матеріалу із композиційного порошку складає 3,5–4,5 мкОм·см, що практично в 3 рази менший за питомий електричний опір спеченого залізу (11–12 мкОм·см). Така

відмінність пояснюється, крім меншою кількістю пор, що виступають в ролі діелектрика, також утворенням безперервного ланцюга мідних прошарків в структурі матеріалу із композиційного порошку, що забезпечує кращу електричну провідність матеріалу.

2.2 Вплив плакування кобальт-фосфором на характеристики залізного порошку

Іншим покриттям, що наносили на частинки залізного порошку є кобальт-фосфор, таке покриття, на відміну від мідного, має значно меншу пластичність. Даний композиційний порошок може використовуватись для розробки матеріалів електротехнічного призначення, зокрема магнітопроводів, що працюють у змінних полях. Для нанесення кобальт-фосфорного покриття на порошок заліза досліджували метод відновлення кобальту з розчинів його солей, використовуючи в якості відновлювача, гіпофосфіт натрію NaH_2PO_4 з добавками комплексоутворювача у лужному середовищі (рН 9–9,5), при цьому процесі каталізатором реакції є залізо [233, 234]. Головними факторами, що впливають на протікання реакції осадження металевої плівки кобальту на поверхню частинки заліза, є хімічний склад і концентрація компонентів розчину, а також час витримки. Проведені дослідження дозволили визначити, що в ході реакції відновлення з використанням гіпофосфіту натрію, при температурі розчину 90–92 °С, утворюється покриття яке містить 95 % кобальту і ~5 % фосфору. При цьому товщина покриття, як і у випадку з міддю, залежить насамперед від часу витримки (рис. 2.8).

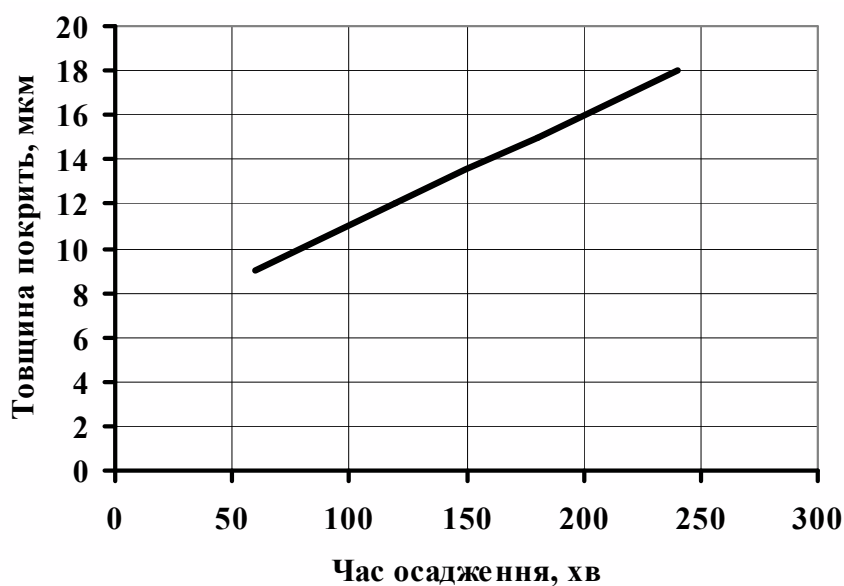
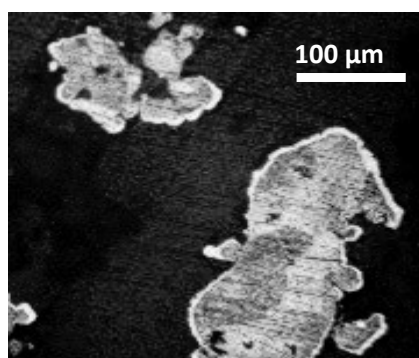
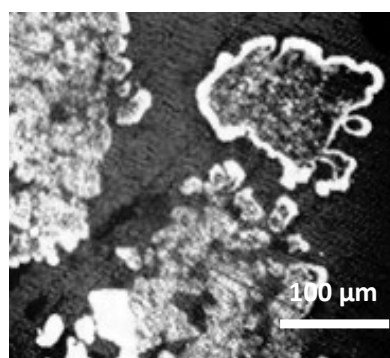


Рисунок – 2.8. Залежність товщини кобальт-фосфорного покриття на залізному порошку від часу витримки

Як показали металографічні дослідження товщина покриття залежить також від розміру і форми частинок вихідного порошку. У частинок з покриттям товщиною 12 мкм та 18 мкм шар покриття змінюється у межах 10-14 та 15–20 мкм відповідно. Проте, є деякі частинки, товщина покриття на яких трохи вище, що обумовлено різною поверхневою площею, яка залежить від форми частинок (рис. 2.9).



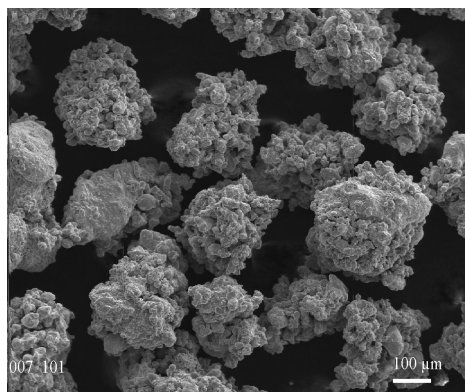
а



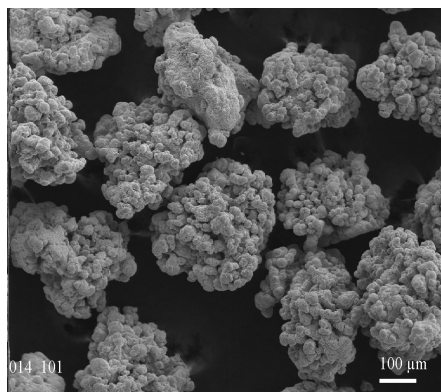
б

Рисунок 2.9 - Частинки залізного порошку з покриттям кобальт-фосфор: а – 12 мкм, б – 18 мкм.

Проведено дослідження морфології вихідних і плакованих залізних порошків, які показали, що морфологія частинок вихідного порошку відрізняється від порошку покритого плівкою Co-P, це в свою чергу, визначає відмінність фізико-технологічних властивостей плакованих порошків (рис. 2.10 а, б).



а



б

Рисунок 2.10. – Морфологія поверхні частинок заліза (а) і заліза покритого плівкою Co-P (б)

Також було досліджено ущільнення отриманих композиційних порошків. На рисунку 2.11 представлені результати дослідження впливу тиску пресування на щільність плакованих порошків заліза. Як видно з приведених даних, щільність пресовок із частинок залізного порошку з покриттям товщиною 12 мкм вище ніж у пресовок з товщиною плівки 18 мкм.

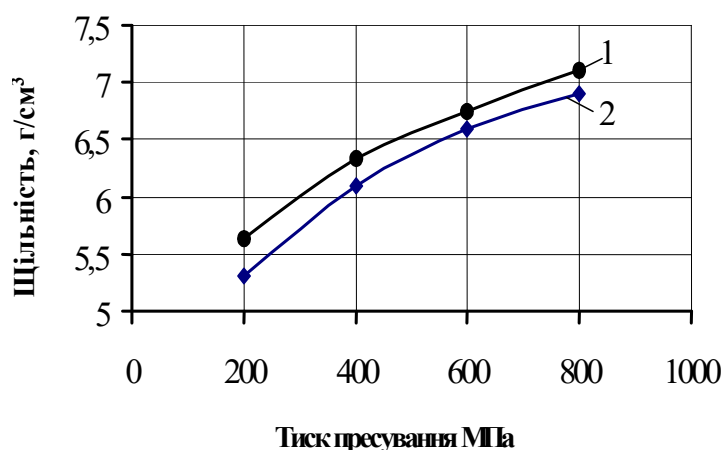
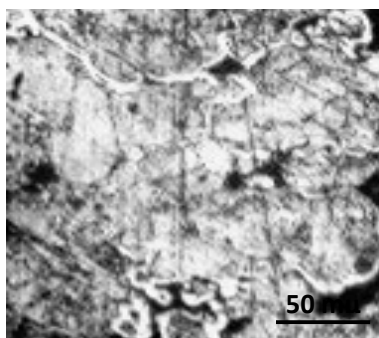
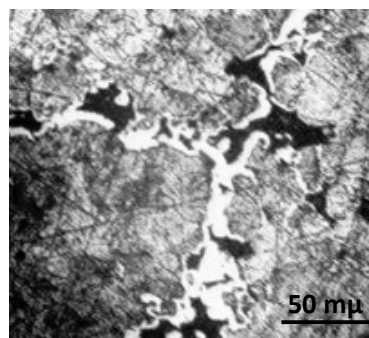


Рисунок 2.11 – Залежність щільності від тиску пресування порошку заліза: 1 – зразки з порошку заліза плакованого кобальтом (12 мкм); 2 – зразки з порошку заліза плакованого кобальтом (18 мкм).

Така залежність може пояснюватись тим, що більший шар покриття перешкоджає ущільненню залізного порошку, що пов'язано із зниженням пластичності композиційного порошку, і, відповідно, ускладнюється деформація частинок залізного порошку. Таким чином, на етапі пресування збільшення шару покриття Со-Р приводить до деякого збільшення пористості зразків, що підтверджують металографічні дослідження (рис. 2.12).



а



б

Рисунок – 2.12. Зразки із залізного порошку з покриттям кобальт-фосфор, спресовані при тиску 800 МПа: а – 12 мкм, б – 18 мкм (x300).

В таблиці 2.4 представлені технологічні та магнітні властивості залізного порошку після покриття плівками різної товщини. З приведених результатів випливає, що збільшення шару кобальтового покриття приводить до зростання коерцитивної сили порошку, що є негативним фактором для магнітно-м'яких матеріалів. Це обумовлено тим, що при збільшенні шару покриття порошок має більшу питому поверхню і, відповідно, більшу кількість дисперсних включень, що може приводити до появи на поверхні замикаючих доменів і створювати магнітострикційну деформацію. Максимальну намагніченість насичення, при цьому, мають порошки з товщиною плівки 12 мкм.

Таблиця 2.4 – Технологічні та магнітні властивості плакованих порошків

Товщина покриття, мкм	Текучість, с/50 г	Насипна щільність, г/см ³	Намагніченість насичення σ_s , А м ² /кг	Коерцитив на сила H_c , А/м
—	35	2,65	199	400
12	32	2,82	203	600
15	30	2,85	215	660
18	28	2,94	180	680

Аналіз магнітних властивостей матеріалів на основі плакованих порошків, спечених при температурі 1200 °С у вакуумі, показав, що максимальні значення магнітної індукції насичення – 1,28 Тл і магнітної проникності – 1200 спостерігаються для зразків отриманих з порошків з товщиною плівки 12 мкм (табл. 2.5). При цьому, значення загальних магнітних втрат найнижчі у матеріалів з покриттям 18 мкм – 20,28 Вт/кг при індукції 1 Тл і частоті 50 Гц.

Така залежність загальних магнітних втрат пояснюється тим, що при збільшенні товщини плівки на порошок питомий електричний опір матеріалу зростає в 2–3 рази з 10 Ом·м до 25 Ом·м, через що знижуються магнітні втрати на вихорцеві струми.

Таблиця 2.5 – Магнітні властивості зразків, виготовлених з плакованих порошків, спресованих під тиском 800 МПа та спечених при температурі 1200 °С у вакуумі протягом 2 годин

Склад вихідного порошку	Щільність, г/см ³	Постійне поле		Змінне поле	
		Bs, Тл	μ	P _{0,75/50} Вт/кг	P _{1,0/50} Вт/кг
Fe вихідне	7,05	1,30	2200	28,12	35,80
Fe-Co-P (12мкм)	7,15	1,28	1200	21,64	26,42
Fe-Co-P (15мкм)	7,01	0,87	656	12,94	23,50
Fe-Co-P (18мкм)	6,92	0,90	700	11,85	20,28

Таким чином, співвідношення магнітних властивостей у постійному та змінному полях показує перевагу матеріалів отриманих із порошку з товщиною плівки 12 мкм, оскільки такі матеріали практично не поступаються по значенню індукції насичення матеріалу з чистого залізу, маючи, при цьому, значення магнітної проникності в двічі більше ніж у матеріалів отриманих з порошків 15 і 18 мкм.

Із розроблених порошків були виготовлені дослідні зразки у вигляді тороїдів розміром 35×25×5 мм. Зразки виготовляли по схемі двократного пресування під тиском 700 МПа, з проміжним відпалом на 800 °С 1 годину. Після другого пресування зразки спікали у вакуумі при різних режимах. За

стандартними методиками вимірювань були визначені магнітні характеристики у постійних та змінних полях (табл. 2.6).

Таблиця 2.6 – Вплив режимів спікання на щільність та магнітні властивості матеріалів на основі композиційних порошків спечених у вакуумі

Склад	Індукція, Тл	Макс. магнітна проникність	Щільність, г/см ³	Втрати $P_{1/50}$, Вт/кг
Температура 1100 °С, 1 год				
Fe	1,327	2800	7,17	38,66
Fe-Co-P	1,033	670	6,83	21,90
Температура 1100 °С, 2 год				
Fe	1,322	2806	7,09	38,76
Fe-Co-P	1,048	729	6,78	21,44
Температура 1200 °С, 1 год				
Fe	1,35	2720	7,15	41,24
Fe-Co-P	1,06	685	6,8	21,20
Температура 1200 °С, 2 год				
Fe	1,315	3000	7,16	36,64
Fe-Co-P	1,29	1050	6,72	20,92
Температура 1200 °С, 3 год				
Fe	1,364	3604	7,23	36,24
Fe-Co-P	1,533	1337	7,29	19,92

Результати вимірювань показують, що підвищення температури спікання до 1200°C суттєво впливає на щільність та магнітні властивості отриманих матеріалів. Разом з цим не спостерігається помітного впливу часу витримки в межах 1 і 2 години при 1100°C і 1200°C . Підвищення витримки до 3-х годин приводить до суттєвого росту щільності, зростанню магнітної індукції в 1,5 рази і магнітної проникності в 2 рази. Одночасно з цим показано несуттєвий вплив режимів спікання на величину магнітних втрат при суттєвому впливі складу композиту.

Для пояснення отриманих значень магнітних характеристик було проведено дослідження мікроструктури. Встановлено, що при температурі 1100°C і нижче, та часі витримки 1 година уповільнений процес дифузії кобальту у твердий розчин, про що свідчить наявність окремих часток залізу після спікання, що зберігають покриття кобальту (рис. 2.13).

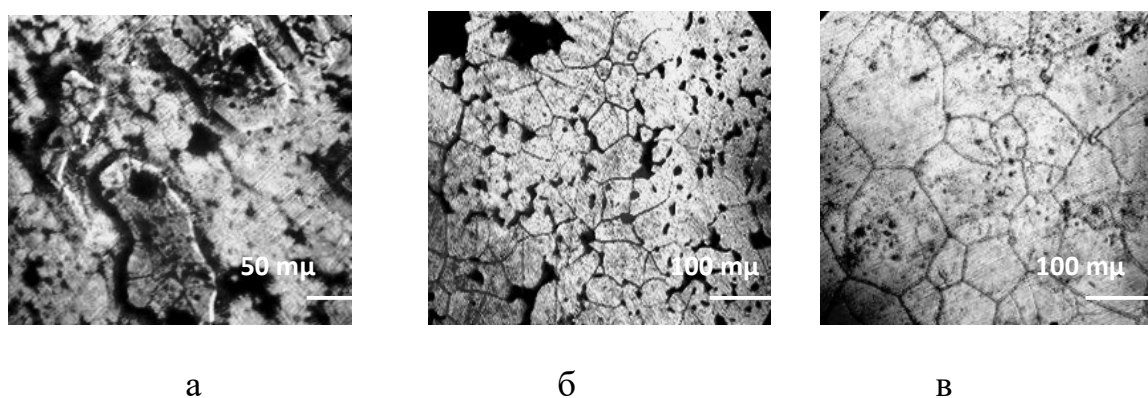


Рисунок 2.13 – Мікроструктура зразку з Co-P покриттям після спікання у вакуумі при різних режимах: а – 1100°C , 1 година, б – 1200°C , 2 години, в – 1200°C , 3 години.

Підвищення температури спікання до 1200°C і часу витримки до 2 і 3 годин дозволяє здійснити гомогенізацію матеріалу і приводить до більш

рівномірного розподілення кобальту в розчині. Це підтверджують результати мікрорентгеноспектрального аналізу, які вказують на деяку нерівномірність розподілення кобальту в твердому розчині при 1200°C і витримці 1 годину. Так, при загальному вмісті кобальту в основі біля 12–15 % мас., вміст його на поверхні часток декілька вищий і складає біля 25 % (рис. 2.14 а). При підвищенні часу витримки до 3 годин спостерігається гомогенізація структури, при якій проходить рівномірне розподілення кобальту в залізі (рис. 2.14 б). При цьому, збільшення часу ізотермічної витримки приводить до процесу рекристалізації і збільшенню розмірів зерен

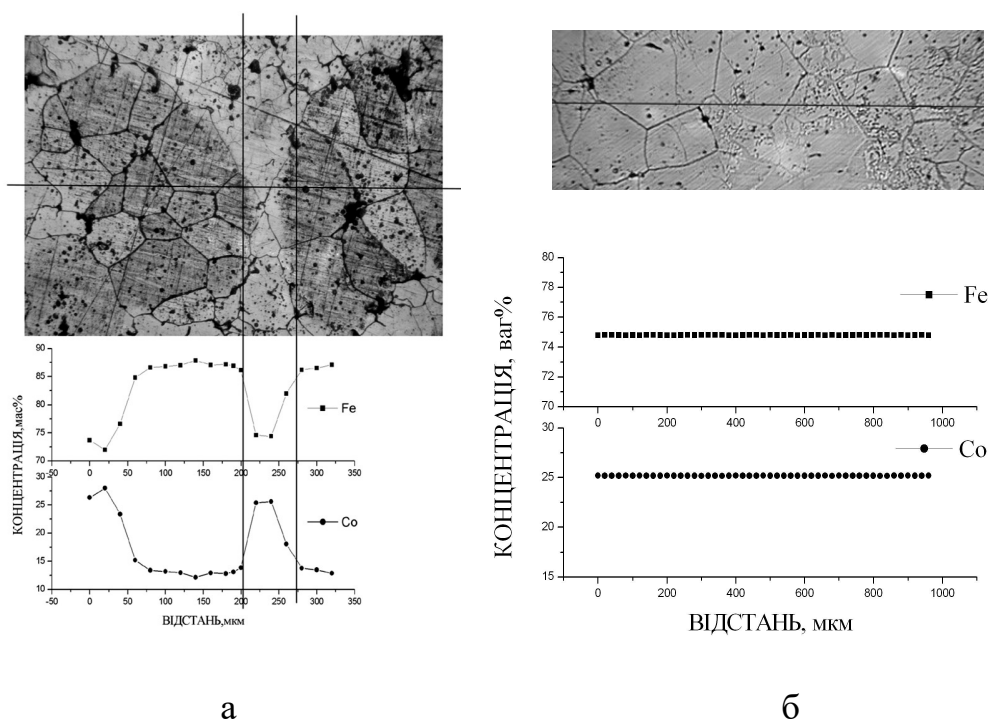


Рисунок 2.14 – Розподіл заліза та кобальту матеріалу на основі заліза покритого Co після спікання у вакуумі при температурі: 1200°C , за різним часом ізотермічної витримки: а – 1 година, б – 3 години.

Плакування залізного порошку кобальтом приводить до суттєвого підвищення електричного опору матеріалу (рис. 2.15). При цьому спостерігається зворотна залежність питомого електричного опору від температури спікання та часу витримки. Така залежність пов'язана з наявністю в структурі матеріалу покриття, яке зберігається біля вихідної частинки залізного порошку.

Отримані покриття дозволяють підвищити електричний опір матеріалу у 2 рази і знизити магнітні втрати на вихорцеві струми з 36–40 Вт/кг до 19–21 Вт/кг.

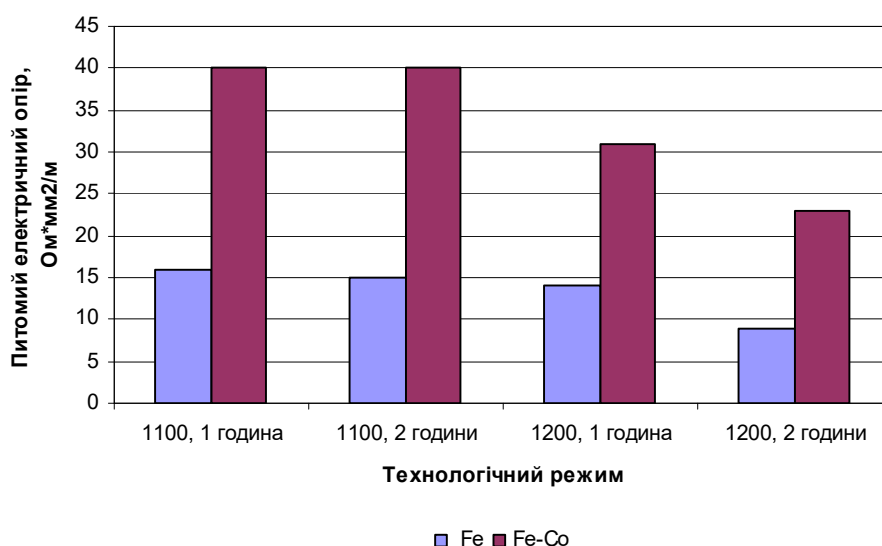


Рисунок 2.15 – Вплив режимів спікання на питомий електричний опір матеріалів.

Дослідження фізико-механічних характеристик показали, що плакування залізного порошку приводить до деякого підвищення твердості матеріалів і зниження міцності на згин, при цьому із збільшенням температури і часу витримки спостерігається прямо пропорційне зростання як твердості так і міцності (табл. 2.7 і рис. 2.16).

Таблиця 2.7 – Залежність твердості спечених зразків на основі залізу від технологічних режимів виготовлення

Склад	Твердість, HRB			
	1100 °С, 1 година	1100 °С, 2 години	1200 °С, 1 година	1200 °С, 2 години
Fe	60,6	58,3	63,25	65,6
Fe-Co-P	63,7	65,5	65,0	68,0

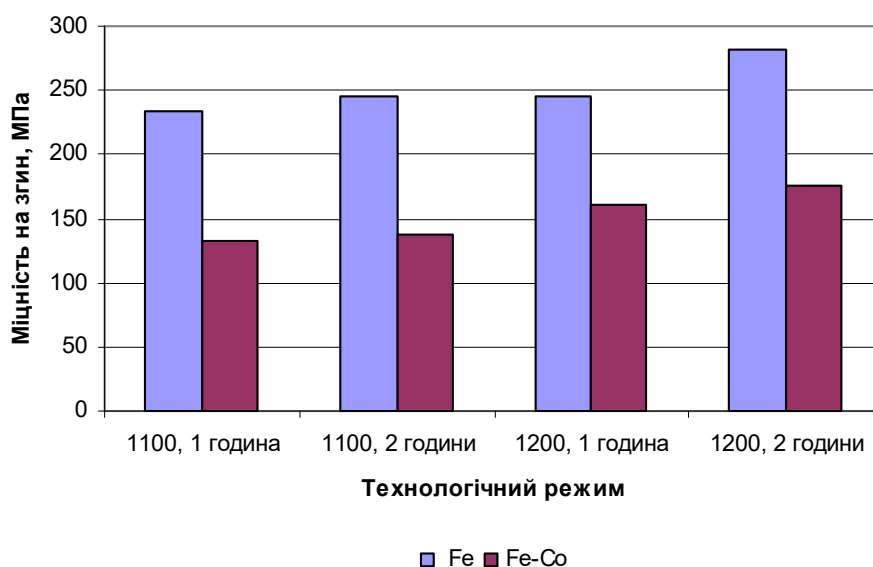


Рисунок 2.16 – Вплив режимів спікання на міцність матеріалів.

Результати випробувань матеріалів на міцність при згині, показали, що плакування залізного порошку кобальтом приводить до зниження міцності матеріалів, при цьому із збільшенням температури і часу витримки

спостерігається зростання міцності як для зразків із чистого залізного порошку, так і для плакованого кобальтом.

Таким чином, встановлено, що основними факторами, які впливають на магнітні властивості матеріалів на основі залізних порошків плакованих кобальтом є температура спікання та час ізотермічної витримки. При цьому, найбільший вплив на зміну характеристик, час витримки оказує тільки при температурі 1200 °С. Одночасно з цим показано несуттєвий вплив режимів спікання на величину магнітних втрат при суттєвому впливі складу композиту. Створення покриття на частинках залізного порошку дозволяє підвищити електричний опір матеріалу у 2–3 рази і знизити магнітні втрати на вихорцеві струми з 36–40 Вт/кг до 19–21 Вт/кг.

2.3 Аналіз процесу ущільнення композиційних порошків на основі залізу

Більшість відомих теоретичних залежностей щільності від тиску пресування, встановлено для однокомпонентних порошків, при цьому прийнято розділяти металеві порошки на відносно пластичні: залізо, мідь, алюміній та відносно крихкі: вольфрам, молібден, хром тощо. Якщо для останніх переважає механізм ущільнення за рахунок структурної деформації (переукладення частинок), то для перших характерна участь всіх стадій ущільнення частинок. При цьому перша стадія структурної деформації суміщається з другою стадією пружної деформації та збільшенням контактних зон між частинками, після чого реалізується третя стадія – пластична деформація із зменшенням об'єму пресовки. Зрозуміло, що умовно пластичні порошки мають більш складний характер ущільнення і, відповідно, більш складні математичні рівняння, які описують закономірності ущільнення таких порошків. Застосування композиційних

порошків, що складаються з двох і більше компонентів, які відрізняються за своїми фізико-механічними властивостями, ставить ще більше питань до вибору рівнянь, що задовольняють опису характеру ущільнення таких порошків.

Як показали результати металографічного аналізу (рис. 2.1) хімічне осадження дозволяє отримати рівномірний шар мідного покриття на частинках залізного порошку, що змінює форму частинок і наближає її до сферичної. Тобто отримано модельний порошок практично ізометричної форми, який складається із відносно твердого осердя і пластичного покриття. Характер ущільнення такого порошку буде відрізнятися від однокомпонентного порошку, тому необхідно перевірити основні теоретичні положення, що описують процеси деформації пористого тіла, як залежність щільності від тиску пресування для даного композиційного порошку.

На сьогодні немає універсальної залежності, що описує щільність як функцію від тиску, більшість відомих рівнянь передбачають введення певних припущень, що пов'язано із сукупністю основних фізичних явищ, які змінюються в процесі стискання порошкового тіла [235].

Графічна залежність щільності від тиску пресування показує, що залізо плаковане міддю має більшу щільність пресовки, що може бути обумовлене більшою пластичністю міді. В процесі пресування на першому етапі відбувається пластична деформація міді, а потім починає деформуватися залізо. Враховуючи той факт, що більшість теоретичних рівнянь розраховані для однокомпонентних сумішей, спочатку варто розглянути універсальне емпіричне рівняння до яких належить рівняння пресування Куніна-Юрченко, яке має наступний вигляд [236]:

$$\gamma = \gamma_{np} - \frac{k_0}{\alpha} e^{-\alpha p} ,$$

де γ_{np} – умовна гранична щільність

α – коефіцієнт втрати стисливості, $\text{см}^2/\text{кг}$.

k_0 – початковий коефіцієнт пресування, $\text{г}/(\text{кг}\cdot\text{см})$;

Для початку потрібно визначити початкові константи a відповідно до графіка (рис. 2.17): У випадку коли графік функції починається від початкових умов, він змінюється та має вигляд параболічної функції, у попередньому випадку бралася тільки ділянка високих тиску. Тому залежність щільності від тиску було перебудовано. Коефіцієнти k_1, k_2, k_3 визначалися як дотичні до приведеної залежності, дані дотичні на графіку вказані штрих пунктирною лінією (рис. 2.17).

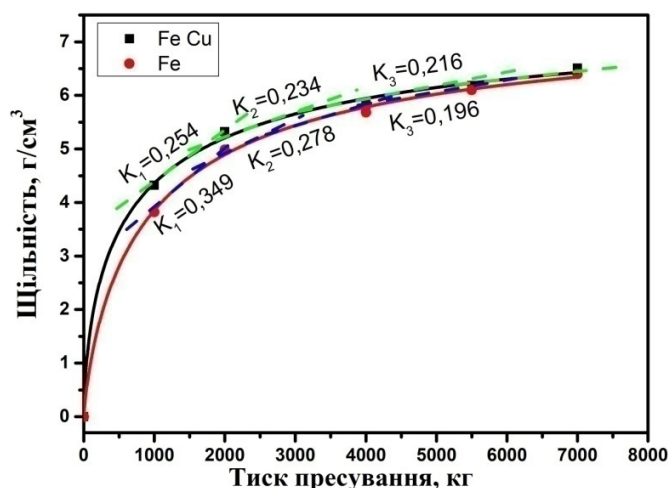


Рисунок 2.17 – Визначення констант за рівнянням Куніна-Юрченко для залізних та композиційних порошків

Надалі відповідно до теоретичної моделі визначаємо α побудувавши рівняння у відповідних координатах $Lg(K)-P$, графічна залежність представлена на рисунку 2.18. Використовуючи графік наведений на рисунку 2.18 та формулу визначали $\alpha = -1/K (dLgK/dP)$ тобто кут нахилу.

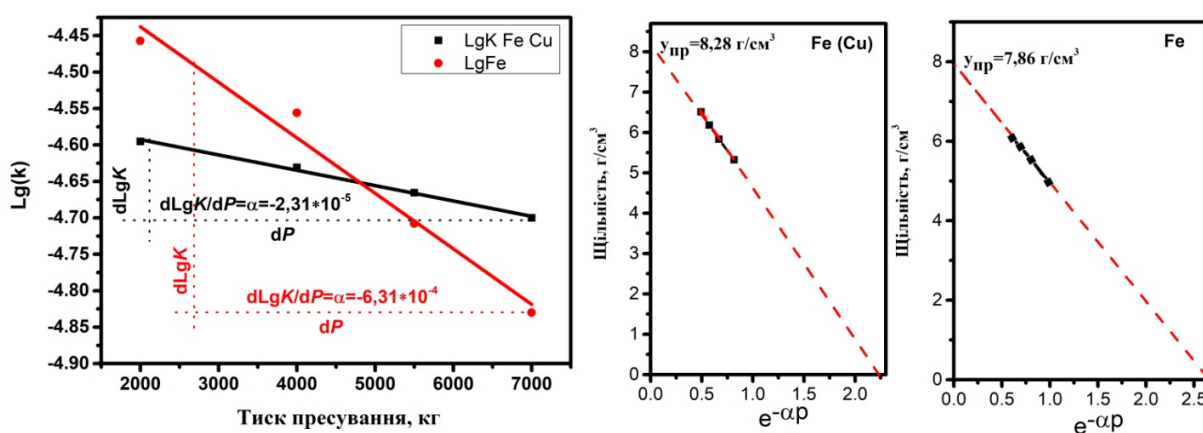


Рисунок 2.18 – Залежність $Lg(K)-P$ для залізних та композиційних порошків

Аналізуючи представлені залежності можна побачити що в чистому залізі ми спостерігаємо 2 характерні ділянки перегину, даний ефект може вказувати на зміну механізмів, які лежать в процесі ущільнення. Так, на початкових етапах (малих тисках) ми можемо спостерігати пружну деформацію, яка переходить в пластичну деформацію з об'ємним стисненням компактного тіла. Однак слід звернути увагу, що даних переходів ми не спостерігаємо при плакуванні, що може свідчити про те, що в процесі ущільнення композиційного порошку лежить переважно пластична деформація. Тому порівнявши теоретичні і практичні залежності наведені на рисунку 2.19, ми спостерігаємо деякі розбіжності.

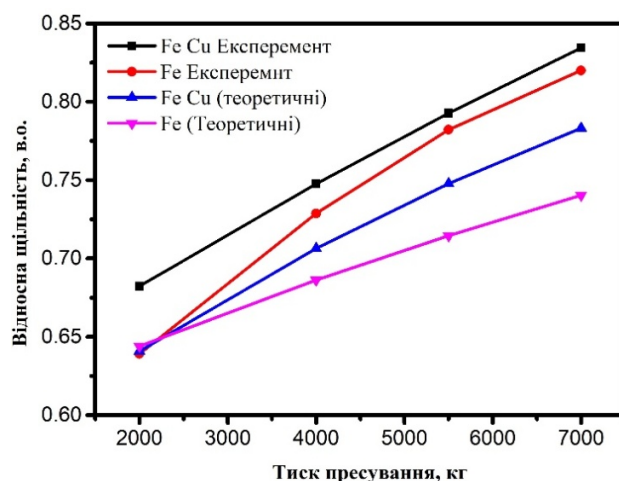


Рисунок 2.19 – Теоретичні і практичні залежності за Куніном-Юрченко

Таким чином, ми бачимо, що потрібно переходити до рівнянь, які мають в своїй основі припущення та закони, яким підпорядковується система, одним із таких рівнянь є рівняння пресування по Бальшина І [232]:

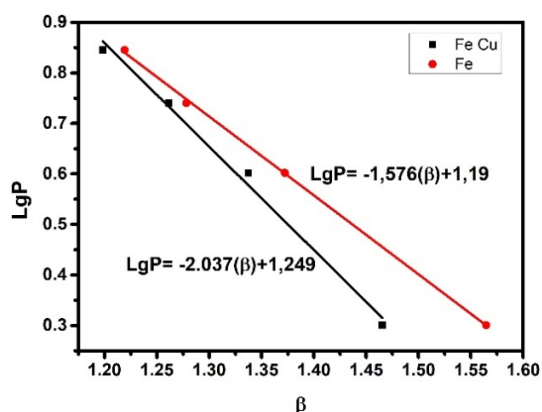
$$\lg p = -L(\beta - 1) + \lg p_{\max}$$

де p_{\max} – тиск, відповідний максимальному ступеню ущільнення, коли $\beta = 1$;

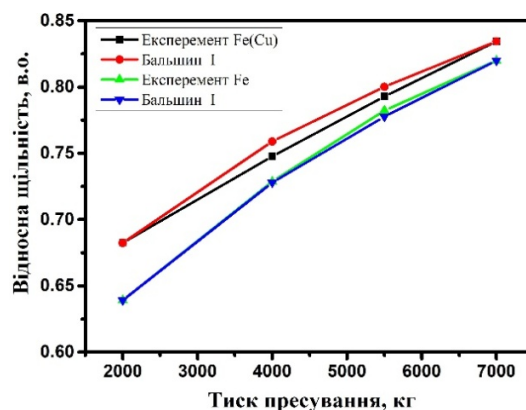
β – відносний об'єм пресовки.

L – чинник пресування

Для вирішення даного рівняння потрібно знайти коефіцієнти L , β , $\lg p_{\max}$. Це реалізується шляхом побудови графіку в координатах $\lg(P) - \beta$ який зображений на рисунку 2.20.



а



б

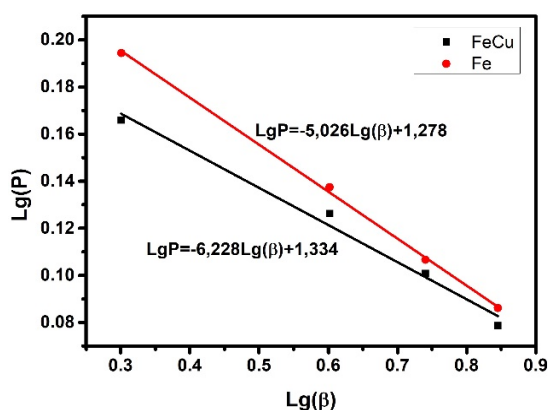
Рисунок 2.20 – Графічне розв’язання I рівняння Бальшина (а), та порівняння практичних даних із розрахунковими (б)

Як видно із отриманих результатів, у випадку чистого заліза ми отримали повний збіг результатів, для заліза плакованого міддю різниця між теорією і практикою не перевищує 10%, що може свідчити про доцільність використання даного методу. Однак для підвищення точності отриманих результатів доцільно провести розрахунки за II рівнянням Бальшина [237]:

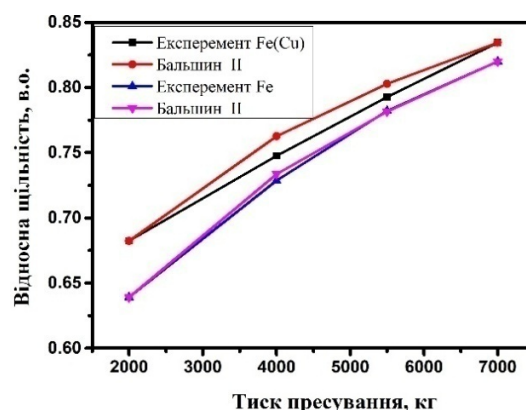
$$\lg p + m \lg \beta = \lg p_{\max},$$

де m – показник пресування, приблизно постійний в значному інтервалі тиску

Дане рівняння розв’язується в координатах $Lg(P) - Lg(\beta)$, та визначається константа m (рис. 2.21).



а



б

Рисунок 2.21 – Графічне розв’язання II рівняння Бальшина (а), та порівняння практичних даних із розрахунковими (б)

Ще одним математичним рівнянням в якому враховуються контактні явища процесу пресування дискретної системи є рівняння Г.М. Ждановича, яке має наступний вигляд [238]:

$$\theta = \theta_0 \left[1 + (\beta_0^n - 1) \frac{P}{P_k} \right]^{\frac{1}{n}},$$

де n – показник який залежить від механічних властивостей порошку;

P_k – максимальний тиск, при якому досягається 100 % щільність;

θ – відносна щільність пресовки.

В одному з випадків, рівняння виводиться виходячи з рішення контактної задачі на підставі уявлень про деформаційний механізм ущільнення порошкового тіла. Вирішення рівняння в нашому випадку матиме наступну графічну залежність представлену на рисунку 2.22.

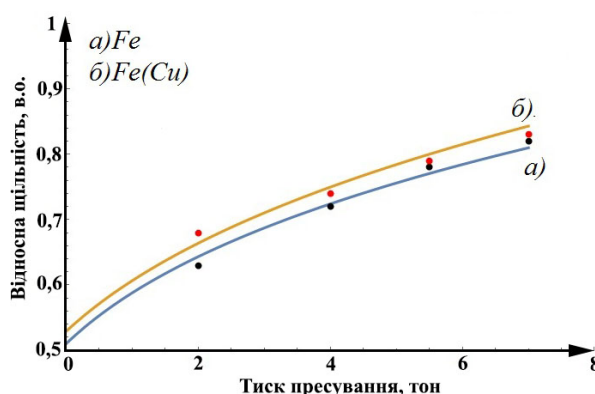


Рисунок 2.22 – Графічне розв'язання рівняння пресування за Г.М.Ждановичем для залізних та композиційних порошків

Отримані модельні параметри показують адекватність при всіх тисках пресування як для чистого заліза так і для заліза плакованого міддю (табл. 2.8). Також слід відмітити, що при плакуванні в нас зменшується максимальний тиск P_k та показник n , які в свою чергу вказують на збільшення пластичності матеріалу.

Таблиця 2.8 – Параметри по рівнянню Г.М. Ждановича

Матеріал	Θ_0	n	$P_{k,T}$
Fe	0,51	4	18
Fe(Cu)	0,529	3,7	14,5

Не дивлячись на те, що дискретно-контактні рівняння задовільно описують ущільнення композиційного порошку, слід враховувати особливості структури пресовок із композиційного порошку. Металографічний аналіз пресовок, проведений за допомогою РЕМ-106, показав, що частинки залізу утворюють відносно щільний каркас, в якому великі частинки порошку оточені дрібними, що утворилися внаслідок

руйнування частинок при пружній деформації (рис. 2.23). При цьому спостерігаються ділянки з чіткими границями між частинками залізного порошку, тобто відсутність суцільних контактів. У пресовок із плакованих порошків відсутні дрібні частинки, що говорить про більшу пластичність порошків, до того ж, структура характеризується своєю суцільністю та однорідністю.

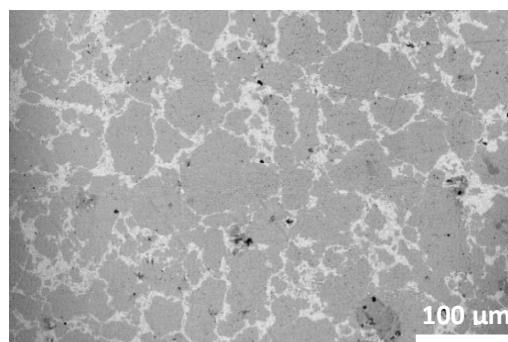
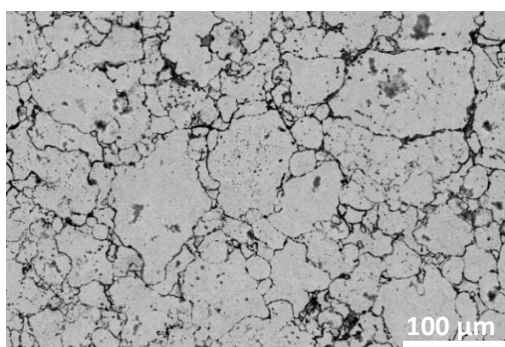


Рисунок 2.23 Мікроструктура матеріалів спресованих при 700 МПа: а – залізо, б – залізо плаковане міддю

Таким чином, процес пресування залізних та плакованих порошків може бути схематично зображено наступним чином (рис. 2.24).

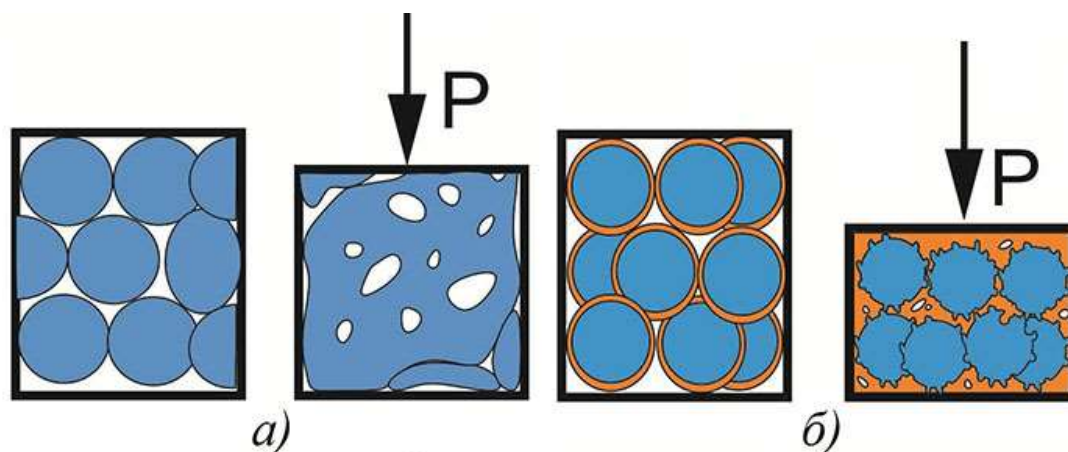


Рисунок 2.24 – Схема процесу ущільнення Fe(a), Fe/Cu(б)

Тобто фактично, в процесі деформації, мідь виступає як суцільний прошарок між частинками залізного порошку, тому розглядати дану систему слід з позиції суцільного континууму, і, відповідно, найбільш підходящим рівнянням є рівняння отримане Штерном М.Б., яке має наступний вигляд [239]:

$$p = p_{oc} + \mu \frac{H}{R} p_{\delta}$$

$$p_{oc} = \sigma_z = -\frac{2}{3} k \frac{(1-f)^{2/3}}{\sqrt{f}}.$$

$$p_{\delta} = \sigma_R = \frac{2}{3} k \frac{(1-f)^{3/2}}{\sqrt{f}} \left(1 - \frac{3}{2} f\right),$$

де μ - коефіцієнт зовнішнього тертя;

p_{δ} – бічний тиск.

p_o – осьовий тиск.

f – пористість.

У нашому випадку коефіцієнт зовнішнього тертя був взятий 0,2 в випадку заліза по залізу та 0,53 у випадку заліза по міді. Розв'язавши рівняння було отримано модельні залежності та порівняли їх з експериментальними, різниця між даними склала до 7 % що свідчить про адекватність моделі (рис. 2.25).

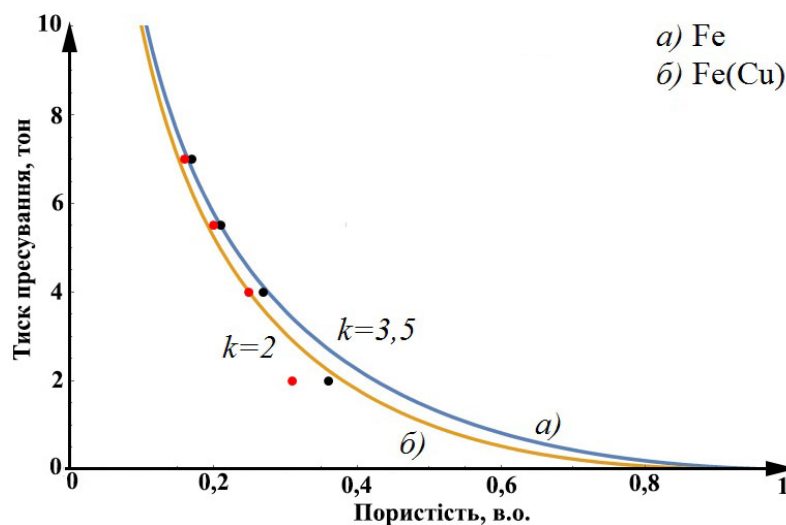


Рисунок 2.25 – Графічне розв'язання за Штерном М.Б.

У даному випадку на хід кривої впливає зміна параметру k , який в своє чергу є функцією від механічних властивостей порошку, а саме відповідає межі текучості матеріалу частинок порошку, який визначається експериментально. В даному випадку цей коефіцієнт становить 2 та 3,5 для заліза та заліза плакованого міддю, відповідно.

Таким чином, встановлено, що характер ущільнення залізного порошку плакованого міддю відрізняється від ущільнення однокомпонентного залізного порошку, що обумовлено тим, що для композиційних порошків залізо – мідь переважають механізми пластичної деформації.

Показано, що структура пресовок із композиційних залізних порошків де мідь виступає пластичним прошарком, максимально наближена до суцільного континууму і коректно описується рівнянням, що базується на теорії суцільності стискаемого середовища.

2.4 Висновки

1. Проведено комплексні дослідження процесу плакування залізного порошку міддю та кобальтом та встановлено залежність фізичних та технологічних характеристик порошку від товщини плівки покриття.

2. Встановлено основні параметри, що впливають на процес осадження покриттів на частинки залізного порошку, так основними факторами, що впливають на протікання реакції осадження металевої плівки міді та кобальту на поверхню частинок залізу, є концентрація компонентів розчину, а також кінетика процесу осадження. Показано можливість регулювання товщини покриття (в діапазоні 12 – 20 мкм) шляхом зміни кінетики осадження.

3. Проаналізовано процес ущільнення композиційних залізних порошоків в умовах статичного пресування за допомогою математичних рівнянь, що описують залежності щільності від тиску пресування. Підтверджено, що характер ущільнення композиційних порошоків відрізняється від ущільнення однокомпонентного залізного порошку, що обумовлено зміною пластичності порошоків при деформації.

4. Показано можливість створення матеріалів електротехнічного призначення на основі композиційних порошоків системи Fe – Co з високою щільністю та високими значеннями магнітних характеристик при низьких загальних втратах при перемагнічуванні на рівні 19 – 21 Вт/кг, що дозволяє використовувати матеріали для виробництва магнітопроводів, що працюють у постійних та змінних полях промислової частоти.

РОЗДІЛ 3

ВПЛИВ УМОВ НАВАНТАЖЕННЯ, ПРИРОДИ ТА ФІЗИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ПОРОШКІВ НА СТУПІНЬ УЩІЛЬНЕННЯ ПІД ЧАС ПРЕСУВАННЯ

Одним із викликів сучасності є давно прогнозована ресурсно-енергетична криза, що вимагає адекватної організаційно-технологічної реакції протидії. Безсумнівно, вона повинна включати жорсткі обмеження по широкому використанню дорогих і дефіцитних легуючих елементів і виробництва деталей з низькими функціональними властивостями. Стосовно до порошкової металургії заліза - це поліпшення функціональних властивостей спечених виробів, що досягається переважно за допомогою вдосконалення технології їх виготовлення. Останнє може полягати в проведенні допресовки отриманих порошкових брикетів; незважаючи на давню популярність і зовнішню тривіальність цього технологічного прийому, він досліджений недостатньо і мало використовується в практиці порошкової металургії.

3.1 Визначення резерву ущільненості порошкових матеріалів на основі заліза

Відомі дані [240] по ущільненості порошків заліза при різних тисках носять, порівняльний характер і не дозволяють виявляти додаткові технологічні можливості використання порошків заліза з порівняно невисокою ущільненістю.

Використовували порошок заліза марки ПЖРВ200.28 в стані поставки, пресування якого зі стану утруски проводили в роз'ємній сталевій прес-формі з вихідним робочим діаметром 10 мм [241]. Для проведення двостороннього одностадійного пресування прес-форму з вкладеним нижнім пуансоном попередньо встановлювали на гумові пластини, потім в неї засипали наважки, проводили утрясання наважок і

вставляли верхній пуансон після чого проводили пресування і розпресовку зразка - циліндричної пресовки. Отримані таким чином циліндричні пресовки піддавали допресовці за відомою методикою [240] в тій же прес-формі (тобто піддавали роздільній допресовці без зазору). Для цього на плоскій плиті встановлювали клини прес-форми; підтримуючи їх у зведеному стані, заштовхували циліндричний брикет в канал прес-форми на необхідну глибину. Після фіксації брикету між зімкнутими клинами прес-форми на її клини набивали обійму і проводили вирівнювання клинів по висоті; далі в прес-форму вставляли пуансони, розміщували її на гумових пластинах і проводили допресовку і розпресовку. Брикети піддавали допресовці як без змащення, так і з мастилом; в останньому випадку готові брикети змащували вазеліном; частину отриманих брикетів перед їх допресовкою відпалювали у водні при 850°C протягом 30 хв. З брикетів видаляли облой, після чого визначали їх вагу, висоту і діаметр, за якими розраховували їх щільність.

На рисунку 3.1 представлені щільність і висота брикетів, отриманих пресуванням рівних по масі (8,3 г) наважок, а на рисунку 3.2 щільність і висота наважок різної розрахункової маси: 6,80, 7,20, 7,65, 8,24 і 8,3 г, що забезпечує не змінність висоти наважок незалежно від прикладеного тиску.

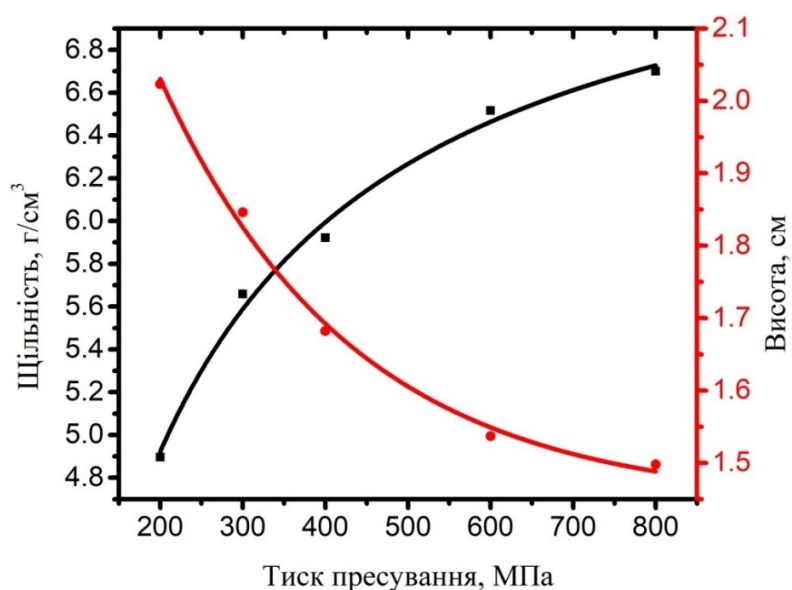


Рисунок 3.1 - Щільність і висота брикетів з наважок порошку заліза рівної маси (8,3 г) в залежності від тиску пресування.

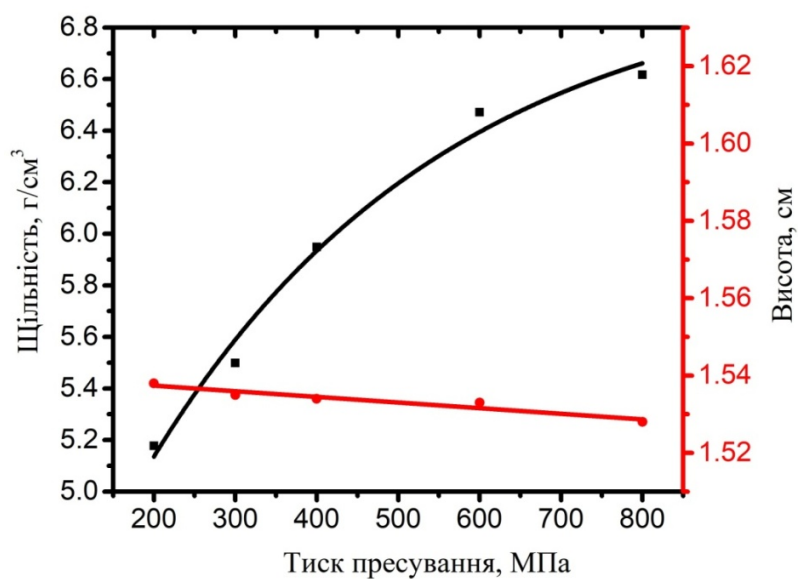


Рисунок 3.2 - Щільність і висота брикетів з наважок порошку заліза з наважок, що збільшуються по масі в залежності від тиску пресування.

Порівняння наведених залежностей свідчить про те, що щільність пресовок, що мають різну висоту (рис. 3.1) і однакову висоту (рис. 3.2)

практично ідентична. Таким чином, щільність не залежала від висоти, а отже від значення площі їх бічної поверхні в досліджуваному діапазоні тисків. Отже, використання рівних наважок було коректним, тому подальші експерименти проводилися з однаковими наважками 8,3 г.

На рисунку 3.3 наведені щільність брикетів отриманих при різних тисках пресування, і їх щільність отримана після допресовки брикетів без змащення при одному тиску рівному 700 МПа.

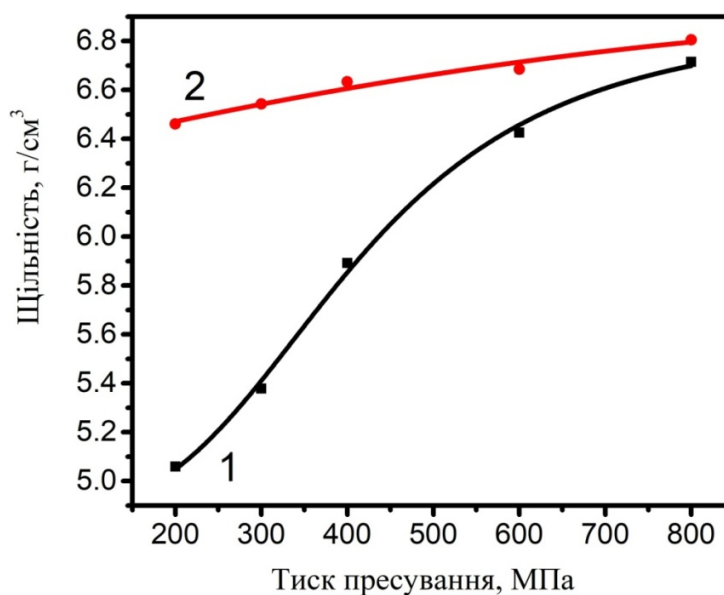


Рисунок 3.3 - Щільність пресовок отриманих при різних тисках пресування (1) і їх щільність після допресовки при одному тиску 700 МПа (2)

Наведені дані свідчать про те, що допресовка брикетів призводить до збільшення їх щільності, навіть якщо тиск допресовки трохи нижче максимального тиску первинного пресування. Залежність щільності допресованих брикетів від тиску первинного пресування зберігається, хоча вона і зглажена. Допресовка брикетів, призводить до вирівнювання їх щільності по висоті; після допресовки зменшується візуально зона непропресовки, що спостерігається в їх центральній частині.

Була отримана подібна залежність і щільності брикетів які перед допресовкою змащували вазеліном; при цьому встановлено, що при використаних умовах пресування змащування пресовок впливає на збільшення їх щільності при допресовці несуттєво. Дана обставина була перевірена в змінених умовах експерименту - брикети, спресовані при одному тиску змащували і піддавали допресовці при різних тисках.

На рисунку 3.4 наведена щільність брикетів спресованих при 200 МПа, змащених і допресованих при різних тисках в порівнянні з щільністю брикетів, спресованих одноразово при різних тисках з порошку.

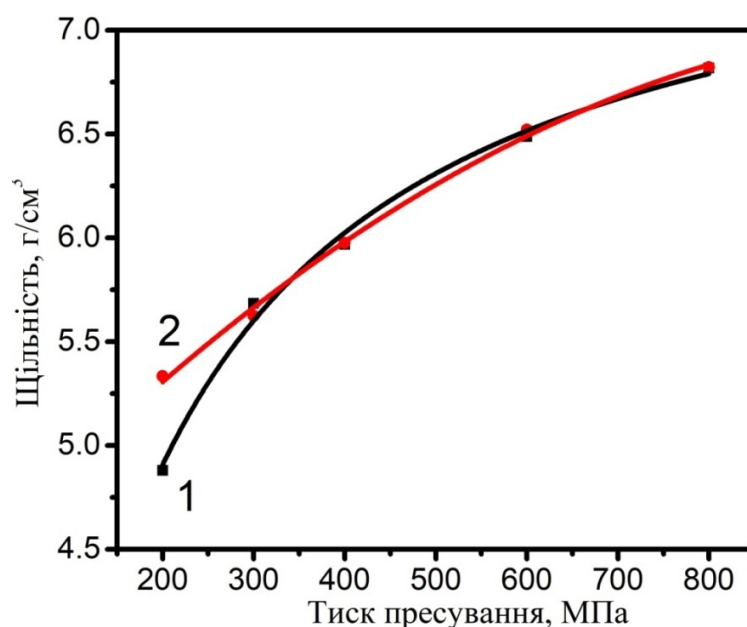


Рисунок 3.4 - Щільність брикетів отриманих пресуванням при 200 МПа, змащених і допресованих при різних тисках (1) і щільність брикетів, отриманих при тих же тисках звичайним пресуванням залізного порошку (2).

Наведені дані (рис. 3.4) показали, що пресування - допресовка дозволило отримати приріст щільності $0,45 \text{ г/см}^3$, порівняно з одноразовим пресуванням тільки при 200 МПа, при інших тисках ця різниця складала $0,04$ - $0,004 \text{ г/см}^3$, тобто при більш високому тиску процес допресовки був

ідентичний однократному пресуванню зі стану утруски (крива 2). Таким чином, зовнішнє контактне тертя надає більший вплив в області малих тисків пресування (~ 200 МПа).

Далі порівнювалась допресовка відпалених і не відпалених пресовок. На рисунку 3.5 наведена щільність брикетів отриманих при різних тисках пресування, а також цих же брикетів відпалених і далі допресованих без змащення.

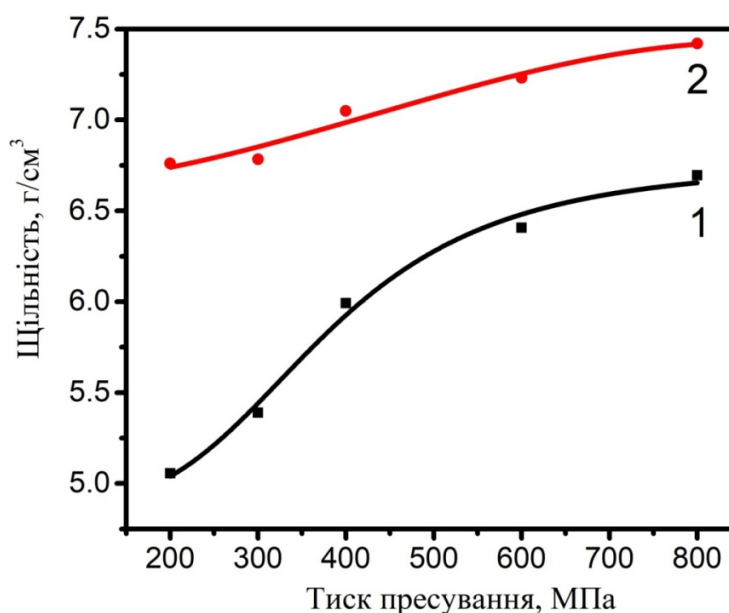


Рисунок 3.5 - Щільність брикетів, отриманих при різних тисках пресування (1) і щільність після їх відпалу і допресовки без змащення при одному тиску 700 МПа (2).

Отримані дані, що свідчать про те, що відпал сприяє підвищенню щільності при допресовці. Повторення цього експерименту, але додатково зі змащуванням пресовок вазеліном, показали, що нанесення мастила призводить до незначного збільшення щільності. Отримані результати

потребують більш наочного порівняння. На рисунку 3.6 наведено значення приросту щільності при допресовці пресовок залежно від тиску первинного пресування в вищенаведених експериментах.

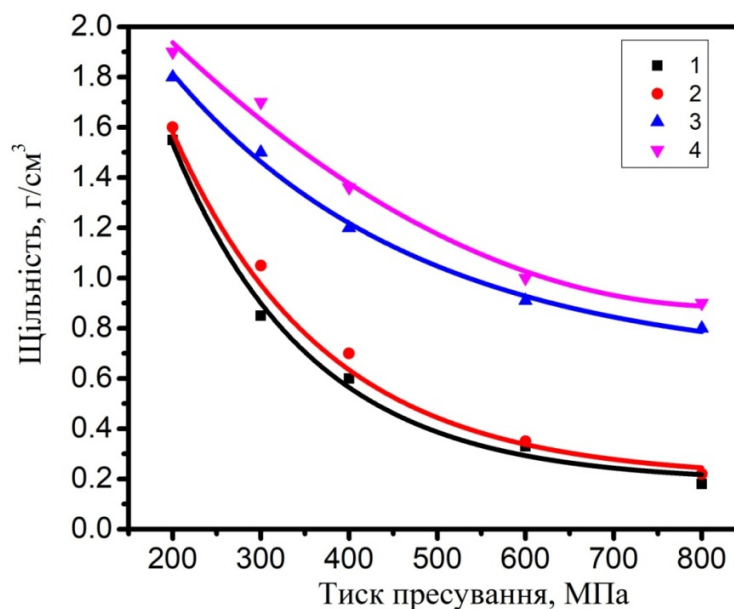


Рисунок 3.6 - Приріст щільності брикетів при їх допресовці при 700 МПа в різних умовах в залежності від вихідного тиску їх пресування: 1 - без відпалу без змащення, 2 - без відпалу з мастилом, 3 - з відпалом без змащення, 4 - з відпалом з мастилом.

Наведені дані свідчать про те, що відпал брикетів дозволяє значно збільшити їх щільність за допомогою допресовки. Досить очевидно, що в рамках заданої марки порошку заліза подальше підвищення пластичності (і відповідно, їх щільності при допресовці) пресовок за допомогою їх відпалу малоймовірно. Однак, заміна відпалу брикету його попередніми спіканням недоцільна, не тільки, з економічних міркувань; спікання брикету може бути недоцільним і через утворення шийок між частинками, що має перешкоджати їх більш щільною перекладкою при допресовці. Таким

чином, з цих двох операцій саме відпал є більш прийнятною альтернативою.

3.2 Вплив різних факторів на процес ущільнення порошкових матеріалів в умовах статичної допресовки

На ефективність процесу ущільнення порошкових матеріалів на основі заліза при допресовці можуть впливати різні чинники, які можуть оказувати принципове значення на процес деформації пресовок і, відповідно, на кінцеві властивості виробів. Серед основних факторів, які можна змінювати і керувати процесом ущільнення є наступні: пластичність матеріалу, яка визначається середовищем та температурою відпалу, хімічний склад шихти (вміст мастил чи твердих складових), формою та розміром вихідних частинок, ступенем зношеності матриці прес-інструменту, температура процесу пресування тощо.

Попередні дослідження визначили суттєвий вплив попереднього відпалу на процес допресовки пресовок на основі залізного порошку, який визначає пластичність матеріалу, що піддається деформації.

Як показали результати металографічного аналізу, ущільнення в процесі допресовки без відпалу, відбувається за рахунок додаткового подрібнення спресованих попередньо частинок, що обумовлено напруженим станом в місцях контактів (рис. 3.7). Таким чином, структура пресовок після допресовки складається із частинок розміром 100 – 150 мкм, які оточені дрібними частинками розміром 30 – 50 мкм, які утворилися при допресовці в результаті руйнування в контактних зонах (рис. 3.7 б).

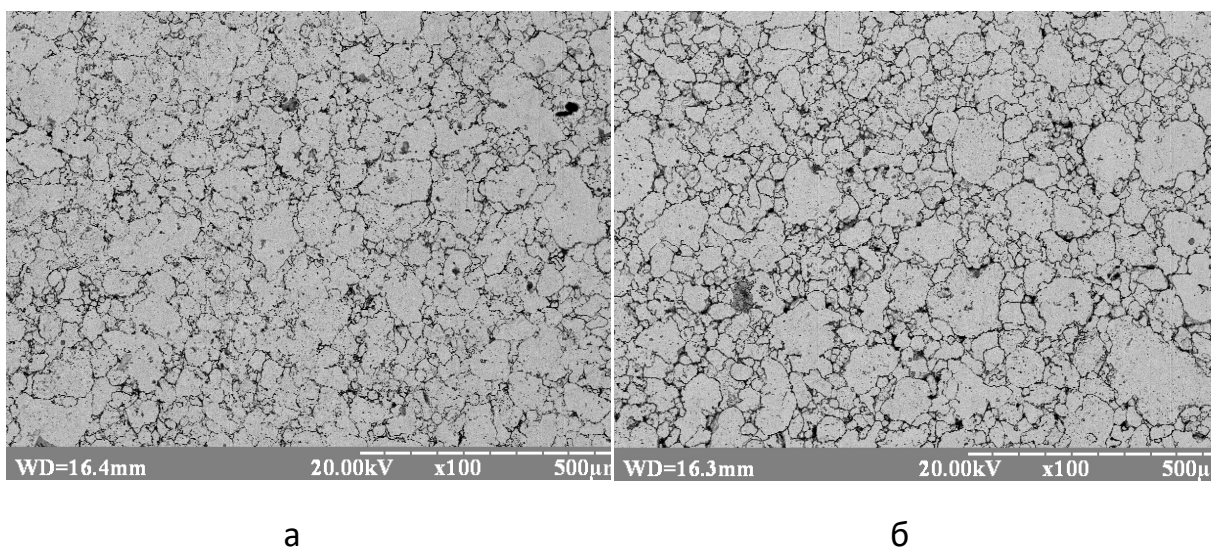


Рисунок 3.7 – Мікроструктура пресовок на основі заліза: а – після пресування при 700 МПа, б – після пресування та допресовки при 700 МПа

Збільшення напруженого стану після допресовки підтверджується результатами визначення залишкових мікронапружень (табл. 3.1). Залишкові мікронапруження в пресовках визначали двома методами: 1) метод спекл-інтерферометрії, який полягає у релаксації напружень при свердлінні отвору [242]; 2) метод Стокса-Вільсона із застосуванням програмного забезпечення дифрактометра Ultima IV значення FWHM та β розділялись на складові, що пов'язані із мікронапруженнями (FWHM') та ОКР (β') [243].

Як показали результати вимірювання залишкових мікронапружень, допресовка приводить до збільшення напруженого стану матеріалу, що пояснюється процесами деформаційного зміцнення та наклепу. При цьому збільшення мікронапружень становить 15-20 % за обома методами, що говорить про достовірність отриманих результатів.

Таблиця 3.1 – Залишкові мікронапруження в пресовках на основі заліза

Вид оброблення	Залишкові мікронапруження, МПа	
	Метод Стокса-Вільсона	Метод спекл-інтерферометрії
Пресування при 700 МПа	-220 (± 106)	-23-25
Пресування та допресування при 700 МПа	-250 (± 114)	-28-32
Пресування та відпал при 800 °С	-180 (± 112)	-11-13
Пресування, відпал при 800 °С та допресування при 700 МПа	-330 (± 165)	-34-42

Відмінність значень в різних методиках дослідження обумовлено тим, що метод спекл-інтерферометрії визначає залишкові мікронапруження в об'ємі матеріалу, а рентгенівський метод Стокса-Вільсона визначає мікронапруження на поверхні пресовки. Відпал пресовок закономірно приводить до релаксації напружень, допресовка після відпалу знову приводить до збільшення напруженого стану.

Характеристиками, що додатково визначають зміну напруженого стану які є структурно-чутливими є магнітні та електричні властивості матеріалів до яких відноситься, насамперед, коерцитивна сила та залишкова намагніченість, а також величина питомого електричного опору.

Величину залишкової намагніченості насичення визначали мілітесламетром ТПУ, принцип роботи якого базується на вимірюванні ЕРС методом Хола. Коерцитивну силу визначали за допомогою коерцитиметри ІКС8-3. Метод базується на визначення величини

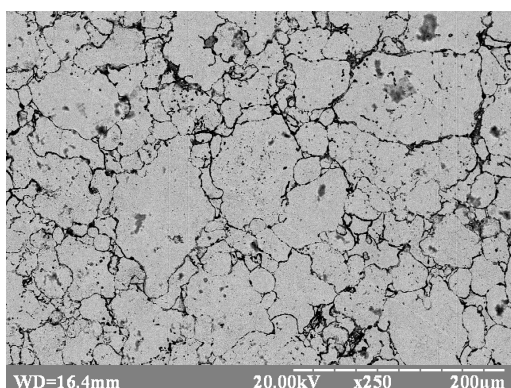
зворотного поля при досягненні нульового показання фіксуючого пристрою в процесі розмагнічування зразка. Визначення питомого електричного опору зразків, проводилось на одинарно-подвійному мості постійного струму РЗОО9, що призначений для вимірювання в діапазоні від 10^{-8} до $1,1111 \cdot 10^8 \Omega$ на постійному струмі за ТО 3.454.019. Результати вимірювання питомого електричного опору, коерцитивної сили та залишкової намагніченості наведено в таблиці 3.2.

Таблиця 3.2 – Коерцитивна сила, залишкова намагніченість та питомий електричний опір в пресовках на основі заліза

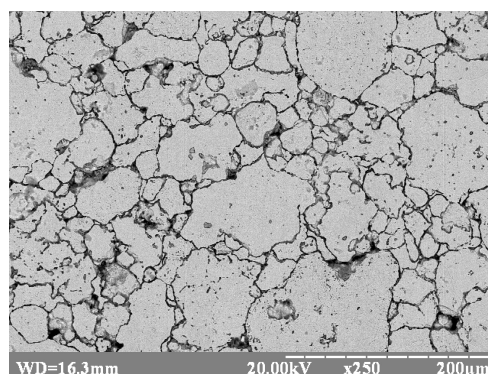
Вид оброблення	Коерцитивна сила, А/м	Залишкова намагніченість, Гс	Питомий електричний опір, мкОм·см
Пресування при 700 МПа	400	430	670
Пресування та допресування при 700 МПа	480	120	250
Пресування та відпал у водні при 800 °С	316	690	35
Пресування, відпал у водні при 800 °С та допресування при 700 МПа	474	230	31
Пресування та відпал у вакуумі при 800 °С	390	530	246
Пресування, відпал у вакуумі при 800 °С та допресування при 700 МПа	474	200	230

Результати досліджень магнітних характеристик показало, що допресовка приводить до збільшення коерцитивної сили, що може бути обумовлено двома причинами: збільшенням напруженого стану і подрібненням зерен, більший вклад в зміну магнітних властивостей вносить напружений стан матеріалу, що підтверджують результати вимірювань залишкової намагніченості пресовок, величина якої залежить насамперед від залишкових напружень після механічної деформації. Дослідження середовища відпалу на значення магнітних характеристик показало, що відпал у водні більш ефективний з точки зору покращення магнітних властивостей ніж відпал у вакуумі, що пояснюється тим, що крім релаксації напружень відбувається рафінування границь зерен через процеси відновлення оксидних плівок, що підтверджується результатами металографічних досліджень структури матеріалу пресовок після відпалу в різних середовищах (рис. 3.8).

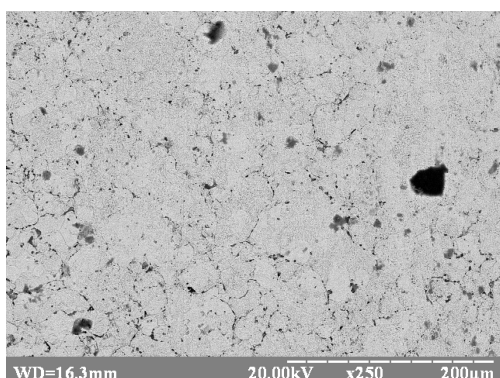
Відповідно рафінування поверхні зерен приводить до збільшення контактної поверхні, що підтверджують результати вимірювань питомого електричного опору пресовок (табл. 3.2). Так, відпал у водні приводить до зниження питомого електричного опору на порядок до 31-35 мкОм·см, що говорить про значне збільшення кількості контактів на відміну від відпалу у вакуумі.



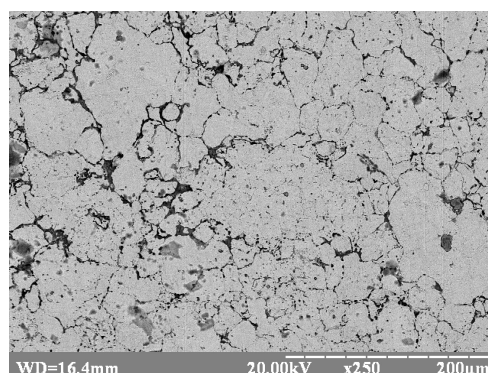
а



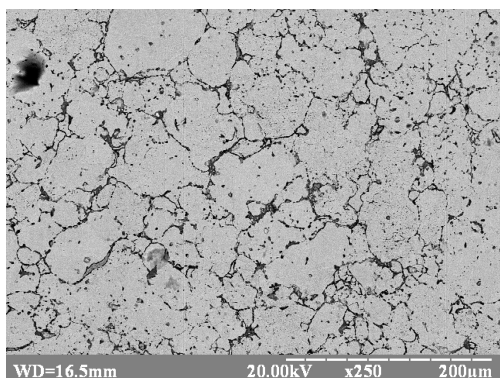
б



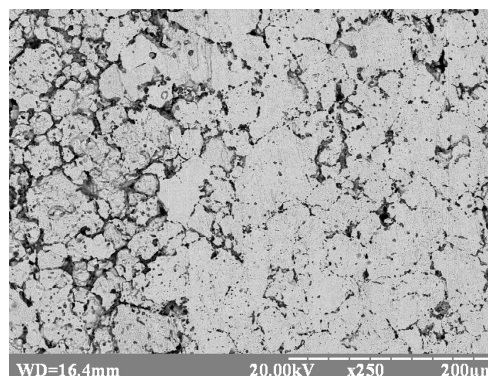
в



г



д



е

Рисунок 3.8 - Мікроструктура пресовок на основі заліза: а – після пресування при 700 МПа, б – після пресування та допресування при 700 МПа, в – після пресування та відпалу у водні при 800 °С, г – після пресування, відпалу у водні при 800 °С і допресування при 700 МПа, д - після пресування та відпалу у вакуумі при 800 °С, е - після пресування, відпалу у вакуумі при 800 °С і допресування при 700 МПа.

Дослідження механічних характеристик матеріалів пресовок на основі залізного порошку, показало, що допресування приводить до збільшення як твердості, так і міцності (табл. 3.3). Допресування без відпалу приводить до деякого збільшення міцності (до 100 МПа), що обумовлено, насамперед, збільшенням контактів між частинками, оскільки пористість в цьому випадку, зменшується не суттєво всього на 2-3 %.

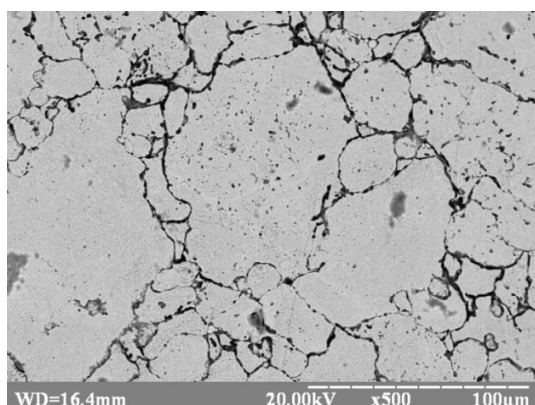
Таблиця 3.3 – Механічні властивості пресовок на основі заліза

Вид оброблення	Твердість, HRB	Межа плинності, МПа	Межа міцності при стисненні, МПа	Відносн. деформ, %
Пресування при 700 МПа	30-32	230-233	270-271	4,25
Пресування та допресування при 700 МПа	40-43	342-346	370-372	5,16
Пресування та відпал у водні при 800 °С	20-23	—	—	—
Пресування, відпал у водні при 800 °С та допресування при 700 МПа	60-62	350-352	820-824	42,22
Пресування, охолодження в рідкому азоті при -196 °С та допресування при 700 МПа	48-50	302-306	318-320	1,96

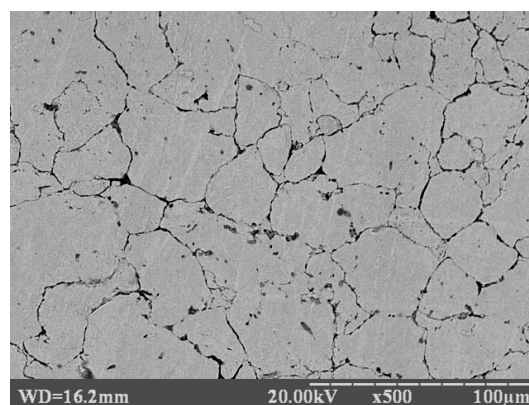
Відпал перед допресуванням забезпечує суттєве збільшення пластичності матеріалу, що забезпечує зростання межі міцності при

стисненні до 820-824 МПа. Значне зростання міцності пояснюється як зниженням пористості на 8-10 %, так і збільшенням контактів в результаті пластичної деформації, що також забезпечує збільшення твердості до 60-62 HRB.

Підвищення пластичності перед допресуванням є принциповим фактором, який визначає ефективність процесу ущільнення при допресовці. Для підтвердження цього твердження було проведено допресовку пресовок після охолодження у рідкому азоті (-196°C) протягом 5 хв. Відповідно, допресування таких пресовок не забезпечило принципового збільшення міцності, яка зросла всього до 300 МПа (табл. 3.3), що менше ніж при допресовці при кімнатній температурі. Охолодження в рідкому азоті приводить до зниження пластичності матеріалу, що характерно для металів з ОЦК-граткою [244, 245], тому окрихчення матеріалу привело до подрібнення зерен, що підтверджується результатами металографічного аналізу (рис. 3.9). Так, допресовка пресовок на основі заліза після охолодження в рідкому азоті привела до зміни пружного стану матеріалу і характер деформації, що обумовило крихке руйнування частинок порошку.



а



б

Рисунок 3.9 – Мікроструктура пресовок на основі заліза: а – після пресування при 700 МПа, б – після пресування, охолодження в рідкому азоті та допресовки при 700 МПа

Оскільки кожна прес-форма, після певного часу експлуатації, має свої особливості, що відбиваються на результатах пресування, був оцінений і «фактор прес-форми». Для цього використовували іншу роз'ємну прес-форму з вихідним робочим діаметром 10 мм. Пресування в ній порошку заліза і допресовкою в ній же отриманих пресовок проводили при 700 МПа. Частину пресовок відпалювали в менш стерильних умовах - в частково герметизованому контейнері при 850 °С 0,5 години. Були одержані наступні значення щільності (г/см³): - після пресування і допресовки 6,2307 і 6,7252 ($\Delta\gamma = 0,4945$ г/см³); - після пресування і відпалу - 6,3294, після допресовки - 7,0943 ($\Delta\gamma = 0,7649$ г/см³) (рис. 3.6). Таким чином, в різних прес-формах були отримані різні результати.

Не менш важливим є і «фактор частинок», що ущільнюються, а саме їх форма та розмір. В якості останніх використовували стружку - відхід виробництва підшипників із сталі ШХ-15, просіяне через сито з розміром комірки 3 мм. Пресування відпаленої при 1050 °С, 1 годину в стружки призвело до зняття наклепу, що відповідно дало можливість її ущільнення. Пресування стружки при 700 МПа і допресовка пресовок при 700 МПа дали відповідно наступні значення щільності (г/см³): 5,1446 і 5,7822 ($\Delta\gamma = 0,6376$ г/см³). Відпал стружки при 850 °С протягом 0,5 години дозволив отримати при її пресуванні при 700 МПа, щільність пресовок рівну 6,07 г/см³, після їх допресовки - 6,31 г/см³ ($\Delta\gamma = 0,24$ г/см³). Тобто допресовка пресовок із частинок порошку, що має лускату форму не забезпечує ущільнення пресовок нижче 20 %. Це обумовлено тим, що частинки не ізометричної форми мають низьку схильність до структурної деформації на стадії переукладки, що визначає низьке координаційне число такого порошку і, відповідно, зменшення кількості контактів. Результати металографічного аналізу пресовок на основі стружки ШХ-15 показали, що після пресування

утворюється пориста структура із об'ємом пор 35 – 40 % (рис. 3.10). Допресовка таких пористих каркасів приводить до зменшення об'єму пор до 20 – 25 %, при цьому структура пресовок характеризується окремими ділянками із лускатих частинок які зібрані в пакети (рис. 3.10 б). Тобто при певних умовах утруски перед пресуванням лускаті частинки складаються в шари, що обумовлює щільний контакт між частинками при допресовці. Однак для частини ділянок пресовки характерним є хаотичне розташування лускатих частинок з перпендикулярним напрямком розміщення частинок одна відносно одної, що обмежує переукладку частинок і визначає великий об'єм пор.

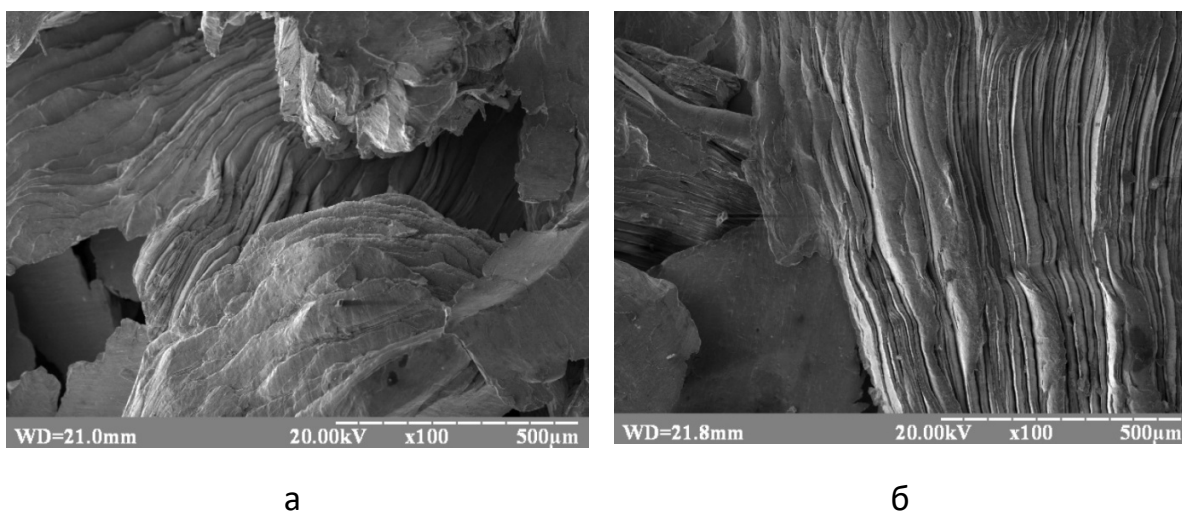


Рисунок 3.10 – Мікроструктура пресовок на основі частинок стружки ШХ-15: а – після пресування при 700 МПа, б – після пресування та допресування при 700 МПа

Враховуючи, що більшість порошкових матеріалів є матеріалами конструкційного призначення основну частину яких складають вироби із сталі, тобто сплави заліза з вуглецем, було встановлено вміст графіту в залізному порошку при якому досягається мінімальна пористість в умовах допресовки. Відомо, що введення графіту у залізний порошок суттєво знижує тиск, необхідний для отримання заданої пористості [246].

Застосування допресування при 700 МПа після попереднього спікання дозволяє отримати залізграфітові матеріали з пористістю менше 10 % [38]. Проте не визначено його ефективність при допресуванні.

Встановлено, що із збільшенням вмісту графіту у залізному порошку при пресуванні на 700 МПа пористість зразків зменшується з 22 до 9 % (рис. 3.11) [247]. Виконуючи роль твердого мастила, графіт знижує внутрішнє тертя між частинками порошку та стінкою прес-форми [248]. Відомо, що кут внутрішнього тертя залізного порошку в стані насипки і утрусці зменшується на 5 град при введенні графіту [33]. При допресуванні відбувається зниження пористості брикетів до 11–12 % для чистого заліза і до 5–6 % з добавками графіту. При цьому слід зазначити, що мінімальна пористість досягається вже при вмісті графіту 1,6 %, тому дослідження по впливу інших факторів проводили саме при такому вмісті графіту у залізі.

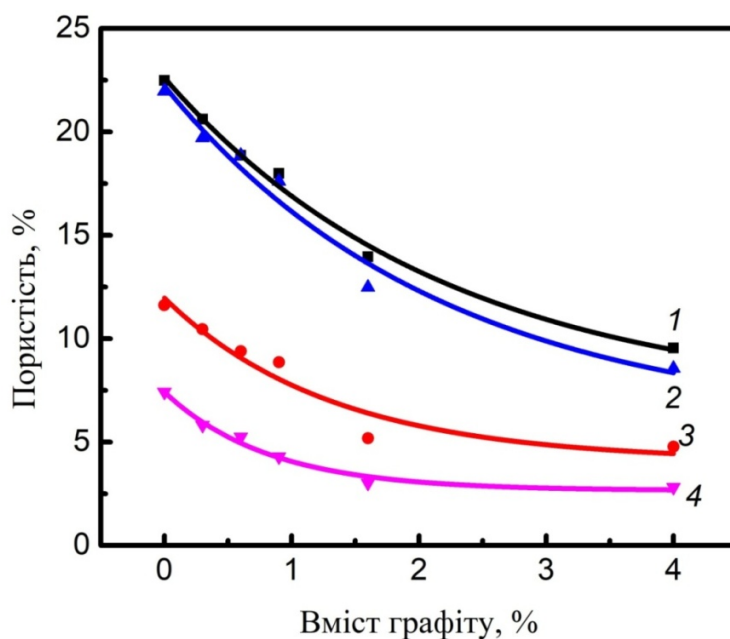


Рисунок 3.11 – Залежність пористості від вмісту графіту пресовок на основі залізного порошку: 1 - спресовані при 700 МПа, 2 - відпалені при 800 °С, 3 - допресовані при 700 МПа, 4 - відпалені при 800 °С і допресовані при 700 МПа

Отримані результати показали, що необхідно детально дослідити вплив допресовки відпалених пресовок із сумішей на основі порошку заліза, що містять 1,0 - 3,0 мас.% графіту і 0,6 - 0,9 мас.% стеарату цинку, на можливість досягнення ними пористості 2 - 5%. Стан закритої пористості брикетів знижує вимоги до їх захисту від окислення при спіканні. Це може створити додаткові умови необхідні для випуску широкої номенклатури і значного тоннажу середньонавантажених виробів без використання дорогих і дефіцитних легуючих, які безповоротно втрачаються при переплаві зношених виробів.

Дослідження впливу температури відпалу після пресування дозволило встановити термічну чутливість пресовок (рис. 3.12). В результаті при температурах відпалу 700–750 °С допресування зразків на основі заліза з добавкою графіту 1,6 % дозволила отримати пористість близько 3–4 %. Підвищення температури відпалу до 800 – 850 °С привело до зростання пористості до 5 –6 %. Це може пояснюватись зниженням пластичності матеріалу, що відбувається внаслідок науглецювання при даних режимах відпалу. Таким чином, оптимальною температурою відпалу для сплаву заліза з 1,6 % графіту можна вважати діапазон 700–750 °С, саме при такій температурі допресовка дозволяє отримати мінімальну пористість близько 3 %.

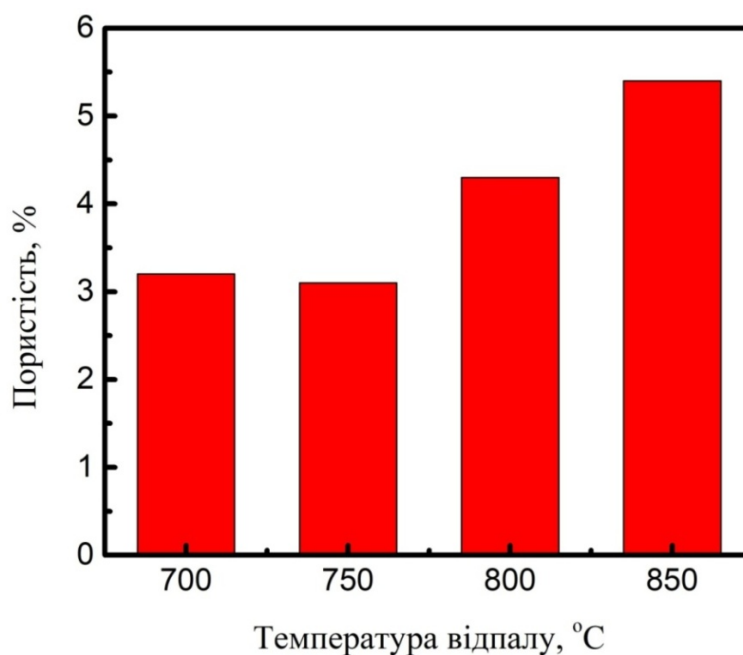


Рисунок 3.12 – Залежність пористості брикетів допресованих при 700 МПа від температури відпалу у середовищі водню

Наступним етапом досліджень було визначення впливу часу після відпалу на процес допресування брикетів. Представляло інтерес, чи впливає час після відпалу на ущільнення матеріалу при допресуванні, наскільки принципово в технологічному процесі проводити операцію допресування (другого пресування) одразу після відпалу або через певний час. Результати досліджень наведені на рисунку 3.13.

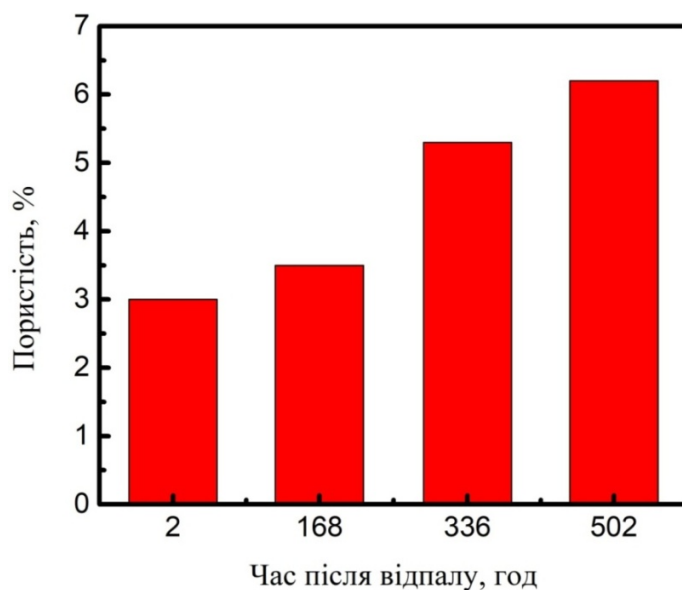


Рисунок 3.13 – Залежність пористості брикетів допресованих при 700 МПа від часу витримки після відпалу при температурі 750 °С

При допресуванні одразу після відпалу протягом перших 2 годин спостерігається мінімальна пористість близько 3 %. Допресування через тиждень (168 годин) також дозволила отримати пористість близько 3 %. Проте, збільшення часу витримки зразків після відпалу показало, що через два та три тижні відповідно пористість після допресовки зросла до 5,5 – 6,5 %, тобто в два рази. Отримані результати можуть бути пояснені тим, що з часом після відпалу може відбуватися взаємодія брикетів із повітрям, в результаті чого на поверхні та по границях зерен адсорбуються атоми азоту та кисню, що перешкоджає пластичній деформації під час допресовки.

Дослідження впливу хімічного складу шихти на процес ущільнення пресовок на основі залізного порошку при допресовці було реалізовано шляхом додавання до залізного порошку твердих мастил (графіту та стеарату цинку) та твердої абразивної компоненти (карбід хрому) [249].

Використовували порошки: залізо марки ПЖРВ 200.28, графіт завальївський ГС-4, карбід хрому Cr_3C_2 ТУ 6-09-03-33-75, стеарат цинку марки «С». Суміші змішували у барабанному змішувачі з отриманням сумішей наступного складу (мас. %): 1) Fe – 99,4, Zn стеар – 0,6; 2) Fe – 98,4, графіта – 1,0, Zn стеар – 0,6; 3) Fe – 96,0, Гр – 4,0; 4) Fe – 94,4, Cr_3C_2 – 5,0, Zn стеар – 0,6; 5) Fe – 91,0, Cr_3C_2 – 5,0, Гр – 4,0. Суміші використовували у вигляді наважок масою 8,3 г.

Пресування і допресування без зазору, сумішей проводили в одній і тій же роз'ємній прес-формі з робочим діаметром 10 мм. Для одностадійного двостороннього пресування прес-форму встановлювали на дві гумові пластини. Після пресування при 700 МПа проводили розпресовку прес-форми і визначали щільність брикетів за результатами гідростатичного зважування. Після цього брикети піддавали допресовці при тому ж тиску (700 МПа) і визначали їх щільність повторно. На рисунку 3.14 приведена пористість спресованих брикетів в порівнянні з їх же пористістю після допресування.

На рисунку 3.15 приведено тиск при роздавлюванні тих же пресовок при їх вертикальному навантаженні. Міцність пресовок визначали при їх стисненні в вертикальному положенні.

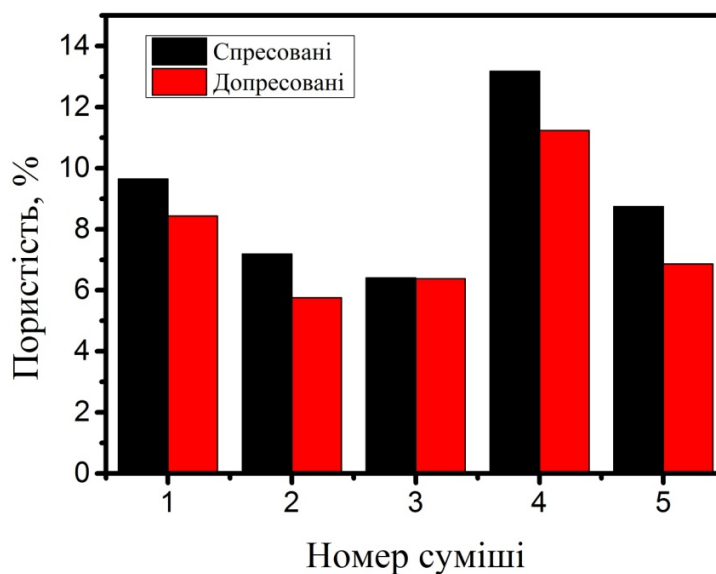


Рисунок 3.14 - Пористість вихідних і допресованих пресовок залежно від складу суміші (мас.%): 1) Fe - 99,4, Zn стеарат - 0,6; 2) Fe - 98,4, графіту - 1,0, Zn стеарат - 0,6; 3) Fe - 96,0, Гр - 4,0; 4) Fe - 94,4, Cr_3C_2 - 5,0, Zn стеарат - 0,6; 5) Fe - 91,0, Cr_3C_2 - 5,0, Гр - 4,0.

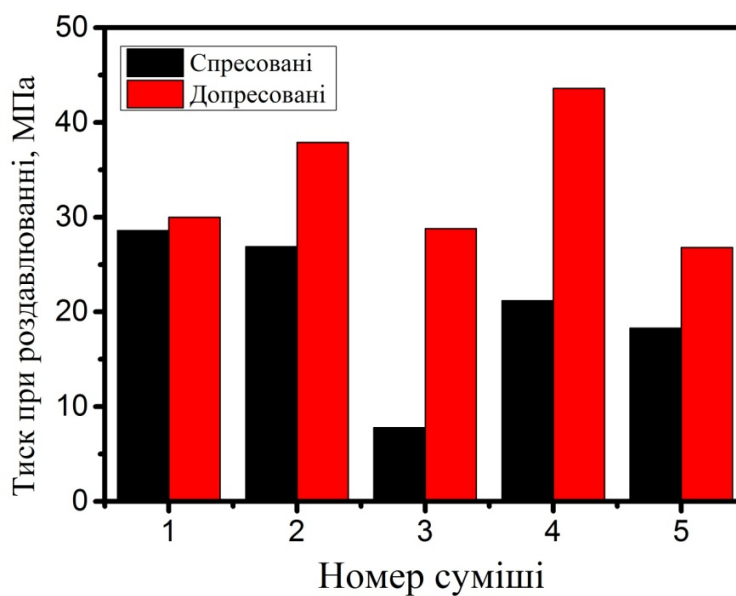


Рисунок 3.15 - Тиск при роздавлюванні вихідних і допресованих пресовок сумішей різного складу.

Наведені дані свідчать про те, що добавка Cr_3C_2 істотно знижує, а добавка графіту істотно підвищує ущільненість порошку заліза, що відповідає відомим даним [250]. Добавка 4,0 мас.% графіту (суміш 3) збільшує ущільненість заліза значніше, ніж 0,6 мас.% стеарату цинку. Ця ж добавка графіту приводить до мінімального падіння пористості при допресовці, що можна вважати природним зважаючи на високу ущільненість даної суміші (рис. 3.11).

З даних рисунку 3.15 видно, що міцність при вертикальному навантаженні допресованих пресовок більше, ніж вихідних (не підданих допресовці). Цей приріст міцності порівняно невеликий для сумішей 1, 2, 5, і може бути пояснений деяким зниженням пористості брикетів. Однак для складів 3 (найвища ущільненість) і 4 (найнижча ущільненість) несподівано високий приріст міцності пояснити тільки цією причиною важко. Мабуть, може бути ще одна, не менш значуща причина, яка полягає в наступному. При допресуванні пресовки в тій же самій прес-формі змінюється її диспозиція-розташування по відношенню до прес-формі і пуансонів, тобто при допресовці виникає нова епюра тисків пресування, яка змінює зональний розподіл тисків, і відповідно ділянок утворення дефектів упаковки частинок. Можливо, така суперпозиція тисків при допресовці усуває найбільші дефекти, які найбільш істотно знижують міцність брикетів. Коректність цієї причини істотного підвищення міцності брикетів можна перевірити тільки за допомогою моделювання.

Частина отриманих брикетів відпалювали в водні при $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ протягом 1 години, спікання брикетів також проводили у водні при $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ протягом 1 години. Реалізовували різні черговості відпалу, спікання і допресовки. На рисунку 3.16 представлена пористість пресовок, підданих таким комбінованим обробкам.

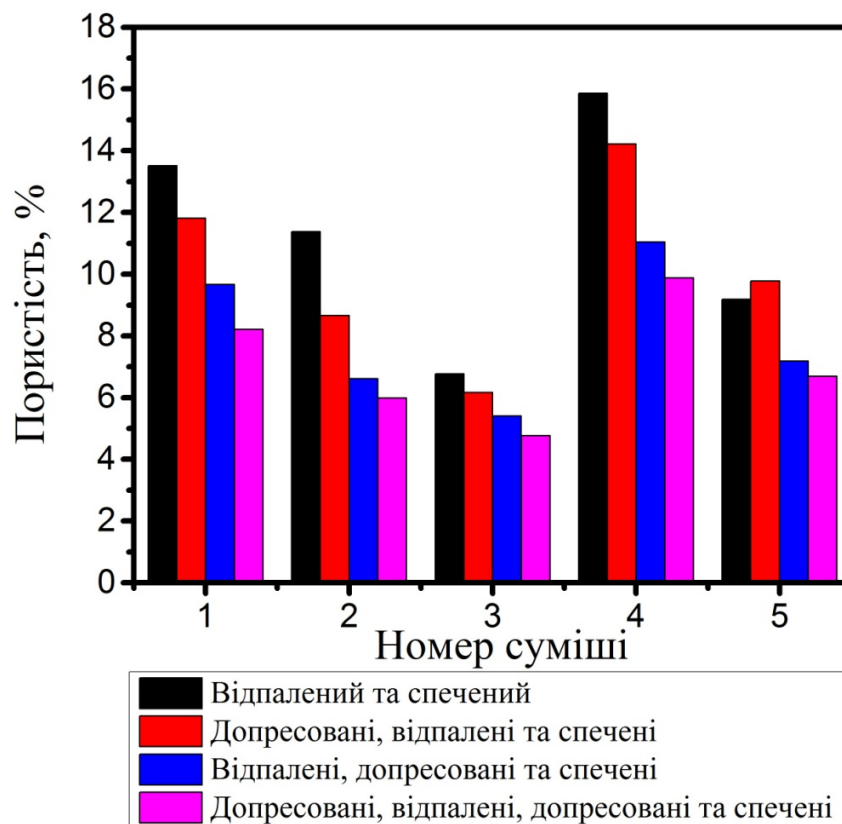


Рисунок 3.16 - Пористість пресовок із сумішей різного складу, підданих різним видам обробки: допресовці, відпалу і спіканню.

Наведені дані показують, що максимальна пористість, що досить природно, залишалася у пресовок складу 4. Мінімальна пористість після допресовки відпалених брикетів реалізована для складу 3 (з 4,0 мас.% графіту). Отримані в цьому експерименті дані показали, що добавка 1,0 мас.% графіту може бути принципово важливою для підвищення щільності відпалених (що не містять стеарата цинку) брикетів.

На рисунку 3.17 представлено тиск виштовхування брикетів із сумішей складів 1-5 при виготовленні їх пресуванням в нероз'ємній прес-формі діаметром 10 мм. Тиск виштовхування розраховували за допомогою

розподілу максимального зусилля виштовхування на бічну (утворюючу) поверхню пресовки.

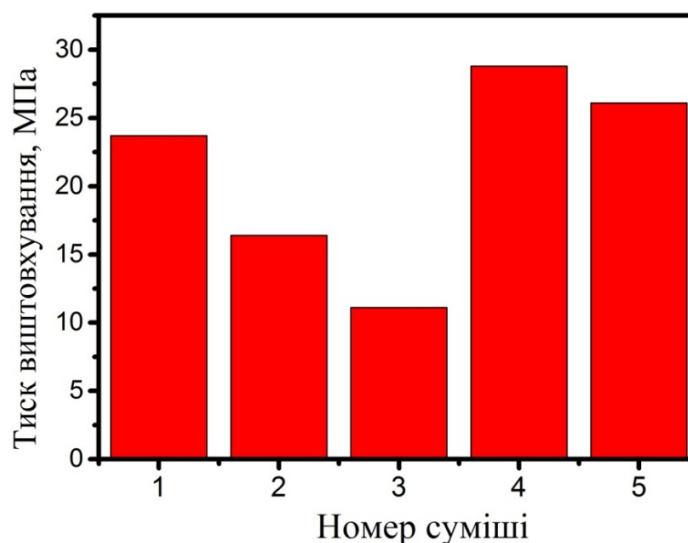


Рисунок 3.17 - Тиск виштовхування брикетів із сумішей різного складу, спресованих при 700 МПа в нероз'ємній прес-формі.

Наведені дані показують, що мінімальне зовнішнє контактне тертя об робочу поверхню прес-форми мають брикети складу 3, що взагалі не містять стеарата цинку. Однак, є недостатньо низьким при проведенні пресування пресовок з великим співвідношенням H/d , що вимагало перевірки прийомів його додаткового зниження.

Було досліджено вплив мастила, яке наноситься на поверхню пресовки на основі залізного порошку з добавкою графіту 1,6 % і стеарату цинку перед допресовкою. Проводили одностадійне двостороннє пресування і допресовку, для чого використовували нероз'ємну прес-форму з робочим діаметром 10 мм і висотою 100 мм, яку розміщували на дві пластини товщиною 12 мм з вакуумної гуми. Суміш у вигляді наважок масою 18 г пресували в незмащеній прес-формі висотою при 200 МПа. Тиск виштовхування брикетів становив 2 МПа, пористість 30-31% при початковій теоретичної щільності - $7,01 \text{ г/см}^3$. Отримані пресовки

відпалювали при температурі 850 ° С протягом 30 хв, в засипці з графіту при подвійній упаковці в не повністю герметизованому контейнері для видалення стеарата цинку і зняття наклепу, після чого їх пористість стала рівною 34-35%, при теоретичній щільності ($\gamma_{\text{теор}}$) 7,44 - г/см³ (без стеарату цинку). Після відпалу на утворюючу (бічну) поверхню наклеювали один шар паперу товщиною 0,11 мм. За 2-3 хв до проведення допресовки на шар паперу наносили одне з мастил, після чого брикет вставляли в прес-форму і проводили його допресовку при тиску 700 МПа.

Експерименти показали, що пресування використаної суміші при 200 МПа дозволяє виготовляти брикети, що мають достатню технологічну міцність, тому виготовлення вихідних брикетів проводили при цьому тиску. На рисунках 3.18 і 3.19 наведені пористість пресовок і відношення їх висоти до діаметру (H/d) в залежності від тиску допресовки при температурі 23 °С з нанесенням вазеліну на поверхню з наклеєним папером і тиск виштовхування.

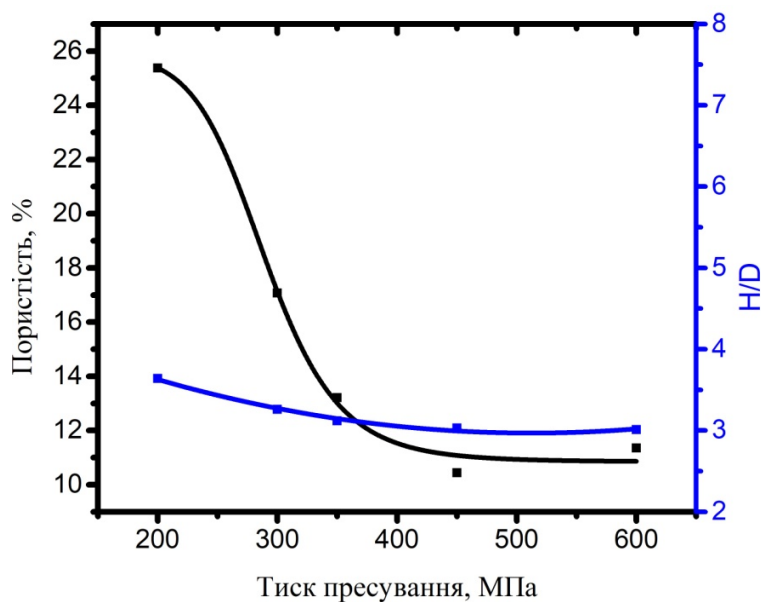


Рисунок 3.18 - Пористість пресовок і відношення їх висоти до діаметру (H/d) в залежності від тиску допресовки при 23 °С з комбінованим мастилом

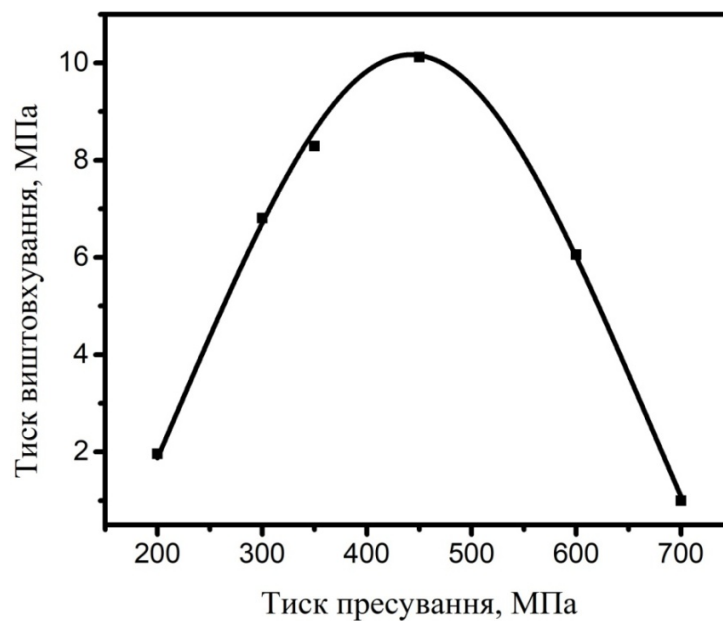


Рисунок 3.19 – Тиск виштовхування пресовок від тиску допресування при 23 °С з комбінованим мастилом

Наведені дані показують, що пористість пресовок має монотонну залежність від тиску, що є іманентним для порошкових матеріалів із пластичних металів. (рис. 3.18); навпаки тиск виштовхування має максимум при тиску 400-500 МПа. Екстремальний характер випресування пресовок пов'язаний з послідовністю процесів деформації залізного порошку при статичному пресуванні. Так, при тисках до 400-500 МПа переважає механізм пружної деформації, що призводить до підвищення бічного тиску на стінки прес-форми. При підвищенні тиску пресування до 500 МПа матеріал пресовки сягає межі плинності і далі реалізується механізм пластичної об'ємної деформації, що призводить до різкого зниження бічного тиску. Таким чином, тиск виштовхування в цьому випадку, визначається тільки бічним тиском, який залежить від

коефіцієнтів бічного тиску і Пуасону і не залежить від тертя пресовки об стінки матриці прес-форми.

В наступній серії експериментів визначали вплив температури пресування в діапазоні -10°C – $+50^{\circ}\text{C}$, що могло впливати на зміну реологічних властивостей мастила. Для цього брикети з нанесеним комбінованою мастилом (смалець) поміщали в прес-форму, в неї вставляли пуансони; зібрану прес-форму нагрівали в сушильній шафі або охолоджували в холодильнику протягом 120 хв, після чого відразу проводили допресовку і випресовку брикетів. На рисунку 3.20 приведена пористість і тиск виштовхування брикетів допресованих при різних температурах.

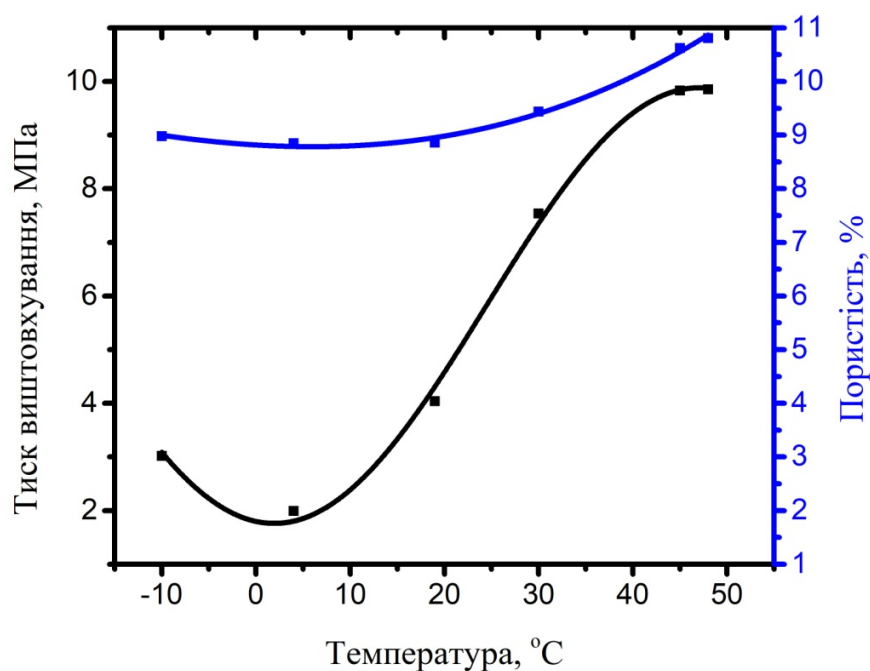


Рисунок 3.20 - Пористість пресовок і тиск виштовхування в залежності від тиску допресування при різних температурах з комбінованим мастилом

Наведені дані свідчать про те, що при змащуванні пресовок комбінованим мастилом при практичній незмінності пористості тиск виштовхування немонотонно залежить від температури. Так, мінімальні значення тиску виштовхування спостерігалися при температурах 5-10 °С і відповідали 2-3 МПа. Зниження або підвищення температури призводить до зміни реологічних властивостей мастила, що збільшує тиск виштовхування пресовок.

Враховуючи високу термічну чутливість мастила і зміну його в'язкості навіть в діапазоні 10 – 15 °С було проведено дослідження впливу хімічного складу мастил на процес допресовки пресовок попередньо спресованих при тиску 200 МПа і визначено пористість і тиск виштовхування пресовок (рис. 3.21).

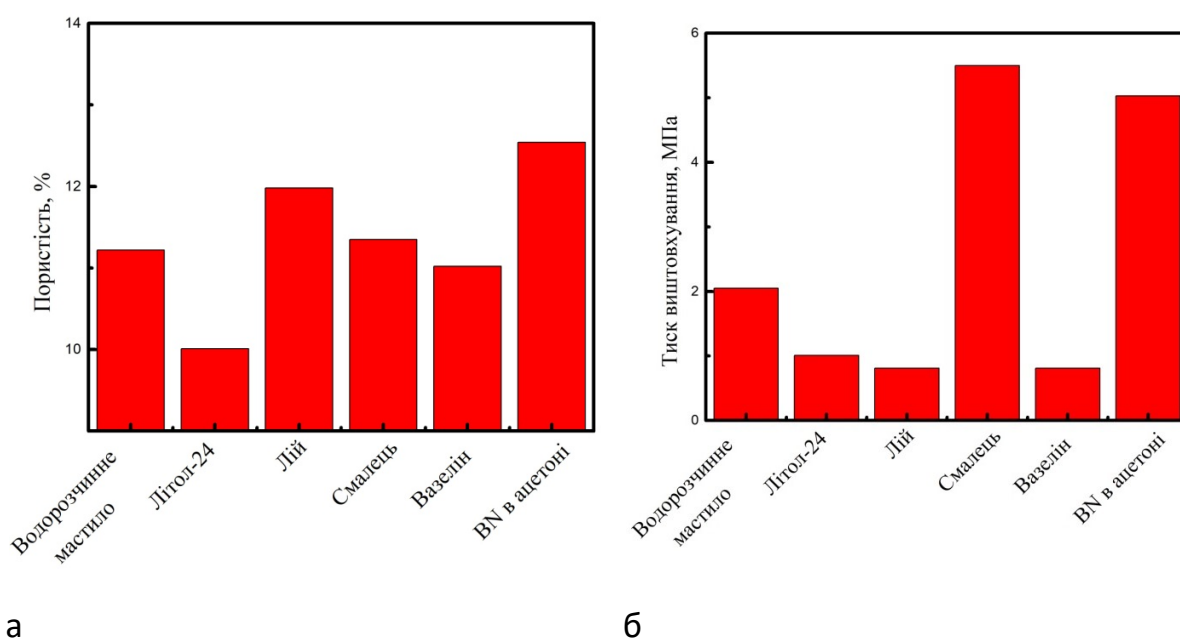


Рисунок 3.21 - Пористість пресовок (а) і тиск виштовхування (б) після допресування при 700 МПа при температурі 23 °С в залежності від складу мастила

Результати досліджень показали, що практично для всіх обраних мастил пористість пресовок після допресування знаходиться в межах 10 – 13 %. По іншому відбувається процес випресування – тиск виштовхування змінюється від 0,5 – 1 до 6 МПа (тобто в 5 – 6 разів). Найкращі результати показали мастила на основі вазеліну та лію (яловичий жир), одним з найгірших себе проявив інший тваринний жир – смалець (свинячий жир). Така відмінність результатів може пояснюватись двома причинами: 1 – різниця в температурі плавлення (35 – 40 °С для смальцю і 40 – 45 °С для лію); 2 – різний вміст жирних кислот, особливо стеаринової кислоти (10 – 15 % для смальцю і 30 – 35 % для лію). Основним чинником все ж є температура плавлення, яка визначає в'язкість мастил, так смалець є більш чутливим в даному діапазоні температур, для лію поріг чутливості є вищим, завдяки чому він зберігає свої реологічні властивості.

Таким чином, зміна стану прикордонного шару мастила, розташованого між брикетом і поверхнею прес-форми, впливає на зовнішнє контактне тертя, тому необхідно виявити умови міграції прикордонного шару мастила в об'єм пористого брикету в процесі пресування [251].

Відношення зусилля виштовхування пресовок з прес-форми до площі бічної поверхні і їх пористості, отримані під тиском при витримці в прес-формі і без неї (рис. 3.22).

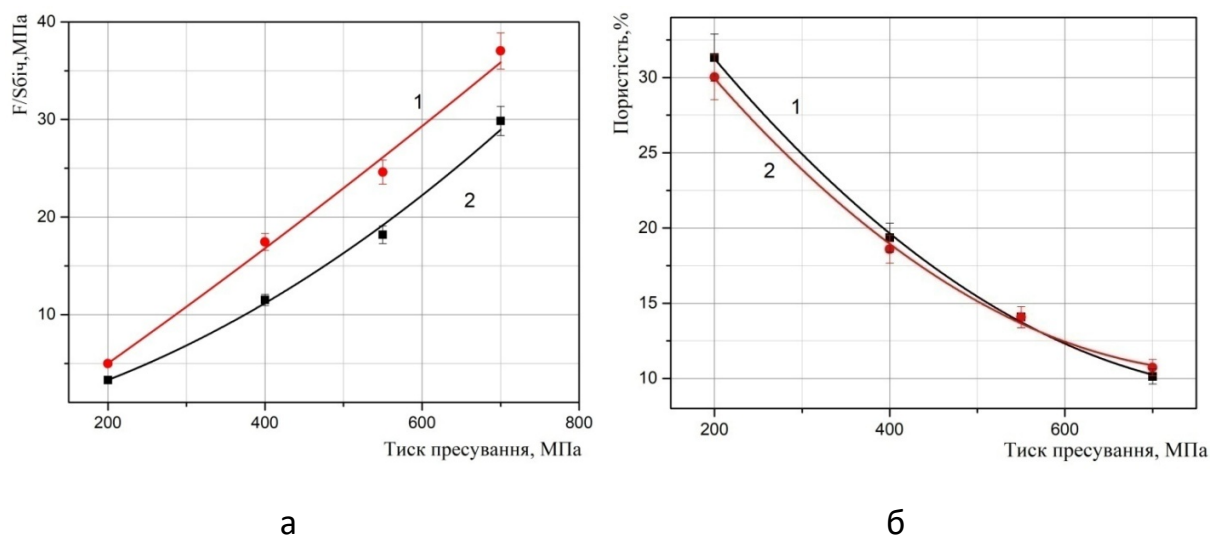


Рисунок 3.22 - Відношення зусилля виштовхування брикетів з прес-форми до площі бічної поверхні (а) і їх пористість (б) в залежності від тиску пресування: 1 - витримка в прес-формі під тиском 3 хв; 2 - без витримки пресовки під тиском

Наведені дані показали, що на відміну від пористості, тиск виштовхування зростає зі збільшенням тривалості перебування брикету під навантаженням в прес-формі до 3 хв. При цьому залежність тиску виштовхування від тиску пресування має практично прямолінійний характер. Залежність відношення $F/S_{бч}$ і пористості брикетів, спресованих під навантаженням 400 МПа при температурі 26 ° С, від часу витримки в прес-формі під тиском представлена на рисунку 3.23

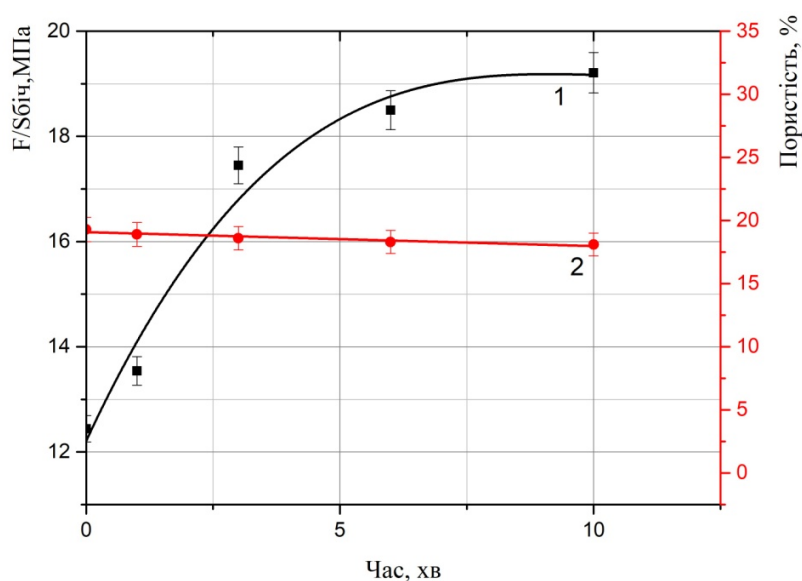


Рисунок 3.23 - Відношення зусилля виштовхування брикетів з прес-форми до площі бічної поверхні (1) і пористість (2) брикетів залежно від часу витримки в прес-формі під тиском 400 МПа

Наведені дані свідчать про те, що пористість брикетів незначно падає при збільшенні тривалості їх перебування під навантаженням в прес-формі, що узгоджується з відомими даними [20]; навпаки, тиск їх виштовхування істотно зростає при збільшенні часу їх перебування в прес-формі. Треба відзначити, що найбільш значущою причиною зростання тиску виштовхування могло бути видавлювання шару мастила, розташованого між брикетом і стінкою прес-форми, в об'єм пористого брикету. Відповідне зменшення товщини і порушення суцільності шару мастила призводить до збільшення зовнішнього контактного тертя, і, отже, тиску виштовхування брикету.

Цей процес - видавлювання мастила в пресовку, є аналогом відомого технічного прийому - просочення під тиском пористих брикетів маслами

[252]; виходячи з цієї аналогії, був проведений наступний модельний експеримент.

Пресовки з порошку заліза пресували в роз'ємній прес-формі діаметром 10 мм при 700 МПа. Після їх пресування мала місце зона непропресовки брикетів в їх серединній частині. Для її усунення брикети піддавали допресовці при 700 МПа в тій же прес-формі. Перед просоченням всю поверхню брикету покривали аптечним вазеліном шаром 1-3 мм після чого брикет поміщали в нероз'ємну прес-форму з робочим діаметром 10,5 мм. Після установки пуансонів отриману збірку пресували (навантажували) при 400 МПа; протягом 3-9 хв; після чого пресовку витягували з прес-форми і протирали папером. Укладений на підставку брикет розрубували за допомогою ножа посередині і фіксували стан торцевих відколів. Візуально виявлено просування фронту просочення брикету вазеліном при збільшенні часу перебування пресовок під навантаженням. Характерний вид зламу торців пресовок, підданих навантаженню в оболонці з вазеліну протягом 3 і 9 хв, наведено на рисунку 3.24.



3 хв



9 хв

Рисунок 3.24 - Характерний вид фронту інфільтрації мастила в пресовку з порошку заліза при навантаженні 400 МПа при температурі 20 °С протягом 3 і 9 хв.

Отримані результати дозволяють вважати, що в процесі пресування в пористий брикет, який є своєрідним резервуаром, може надходити під тиском мастило з поверхневого шару, розташованого між брикетом і прес-формою. Можна припустити, що цей процес може мати загальний характер при використанні і менш пластичних: (парафін, стеарат цинку, тваринні жири) мастил і прискорюватися при підвищенні температури пресування, що знижує їх в'язкість. При змащенні прес-форм комбінованими мастилами, наявність в них твердої складової, що розташовується в проміжку, має перешкоджати повному витісненню її пластичної складової в пори брикету. Можна також вважати, що перебіг протилежного процесу - видавлювання мастила з брикету в зазор, що розділяє брикет і прес-форму, можливо при її надмірному вмісті в брикеті. Ця ситуація виникає тоді, коли обсяг мастила перевищує обсяг пор в скелеті з ущільненого порошку; вона виникає зокрема при пресуванні твердих порошків з надмірною кількістю рідини [253]. Наведені аналогії можуть не тільки дозволити адекватно представити поведінку в'язких мастил, а й розширити можливості просочення вакуумованих спечених брикетів, за допомогою її реалізації при порівняно високому тиску в прес-формі.

3.3 Комп'ютерне моделювання етапу пружної деформації при пресуванні порошкових об'єктів

Існує багато математичних рівнянь, що описують процеси деформації пористого тіла, як залежність щільності від тиску пресування. При цьому в теорії пресування металевих порошків є два основних напрями, що пов'язують тиск і щільність: перша передбачає аналіз контактних явищ при взаємодії окремих частинок, друга оснований на теорії суцільності стискаємого середовища, тобто безперервного континууму. Проте, на

сьогодні, немає універсальної залежності, що описує щільність як функцію від тиску. Більшість відомих рівнянь передбачають введення певних припущень, що пов'язано із сукупністю основних фізичних явищ, які змінюються в процесі стискання порошкового тіла, що не відповідає фізиці процесу пресування.

Поширені імітаційні моделі пресування та їх програмні реалізації у більшості передбачають прямий підхід до генерування ансамблю часток порошку та аналізу утворення та еволюції контактних поверхонь [254]. Такий підхід хоч і забезпечує задовільну точність, але вимагає ретельного програмування та значних обчислювальних витрат.

Моделювання проводили на основі експериментальних залежностей пористості від тиску для сумішей на основі залізного порошку. При цьому було встановлено відмінність процесу ущільнення сумішей в залежності від природи легуючих добавок, що потребує додаткового аналізу за допомогою елементів комп'ютерних моделей без проведення повного імітаційного розрахунку [255].

Аналізували поведінку монофракційного залізного порошку (+50-200 мкм) та суміші того ж порошку з додаванням 5% порошку Cr_3C_2 фракції (+5-100 мкм) (рис. 3.14). Гранулометричний аналіз порошків проводили за методом лазерної дифракції на установці Malvern Mastersizer 2000. Розподіл частинок порошків за розмірами показано на рисунку 3.25.

Для подальшого аналізу, із сукупності розмірів порошків виділяли центральну частину кривої розподілу з розрахунку покриття 90 % фракції. Обрану частину розділяли на 3 інтервали з позначенням від дрібного до крупного: I, II, III. Для кожного з інтервалів визначали середнє значення, яке використовувалось в розрахунках. Поряд з тим, визначали відносну кількість частинок кожного з інтервалів. Чисельні значення меж інтервалів,

середніх значень та умовної кількості частинок в розрахунку на 1 грам суміші наведено в таблиці 3.4.

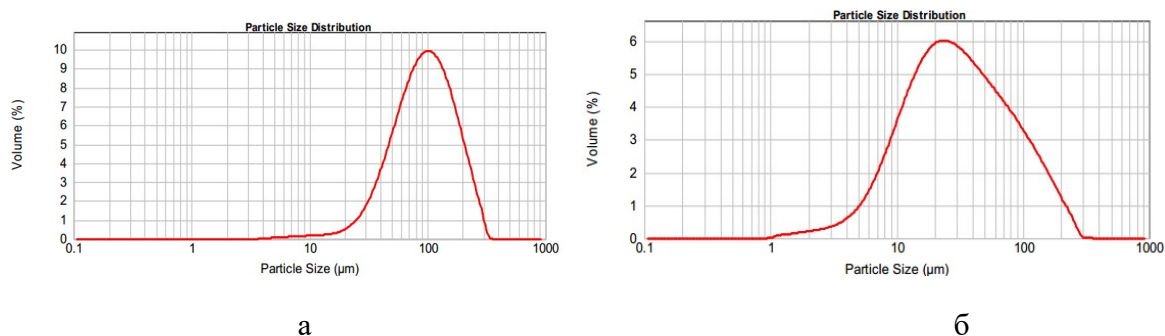


Рисунок 3.25 - Розподіл частинок порошків заліза (а) та карбіду хрому (б)

Таблиця 3.4 - Значення меж інтервалів, середніх значень, та відносної кількості частинок на 1 грам суміші Fe-5% Cr₃C₂

Порошок	Інтервал	Верхня межа, мкм	Нижня межа, мкм	Середнє, мкм	Кількість часток
Fe	I	75	48	62	291 584
	II	130	75	102	88 707
	III	200	130	165	15 418
Cr ₃ C ₂	I	18	5	12	2 452 025
	II	60	18	39	115 257
	III	113	60	86	5 762

Для аналізу залежності площі контакту від прикладеного навантаження використано рівняння Герца [256] - загально прийнятий метод розв'язку контактних задач:

$$a = F^{\frac{1}{3}} \left(\frac{1}{K r^*} \right)^{\frac{1}{3}},$$

де a – радіус області дотику, м;

F – сила, Н;

K – ефективний модуль Юнга, Па;

r^* – ефективний радіус двох частинок, м.

Для одержання зв'язку значень контактних площ та контактних напружень від макрохарактеристики - тиску пресування, ввели поняття ефективної площі. Яка обчислювалась як площа квадрата, в який може бути вписаний максимальний за площею переріз частинки. При цьому зроблено наступні припущення: наявні тільки контакти нормальні до напрямку пресування, ефективна площа контактної пари визначається за розміром більшої з частинок, що знаходяться в контакті, ефективні площі частинок не перетинаються. При перерахунку значень контактних напружень від прикладеного зовнішнього тиску одержали залежність, показану на рисунку 3.26.

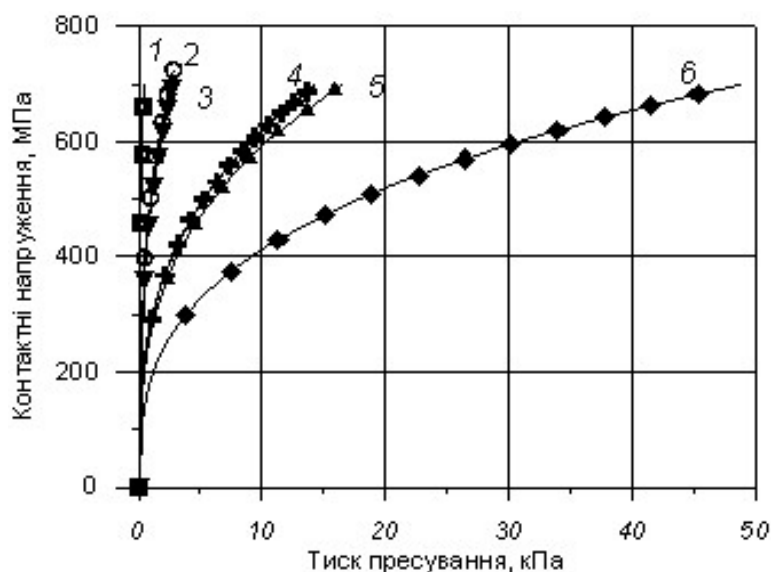


Рисунок 3.26 – Залежність напруження в контактній парі від прикладеного тиску: 1- Fe(I)-Cr₃C₂(II), 2- Cr₃C₂(I)-Cr₃C₂(II), 3 - Fe(I)-Cr₃C₂(I), 4 - Fe(III)- Cr₃C₂(I), 5 - Fe(I)-Fe(III), 6 - Fe(I)-Fe(I).

Одержані результати дозволяють стверджувати, що найбільш плавно контактні напруження нарастають в парі частинок заліза з порівняно однаковими радіусами. В контактних парах, де присутні частинки карбіду хрому, контактні напруження нарастають дуже швидко, що свідчить про достатньо малі площі контактних площадок. Швидке зростання контактних напружень при малих площах контакту, буде призводити до досягнення напружень межі плинності, переходу до пластичного деформування. У свою чергу, це має призвести до появи локально зміцнених зон на частинках заліза, що стримує подальше зближення центрів частинок та ущільнення пресовки на наступних етапах пресування та при повторній допресовці.

Таким чином, запропонований обчислювальний підхід дозволяє аналітично визначити типи найбільш поширених контактних пар в суміші порошків та спрогнозувати межі дії пружної деформації та розвитку

контактних поверхонь у кожній з таких пар, залежно від розміру та природи контактуючих частинок порошку.

3.4 Альтернативна методика визначення процесу ущільненості порошкових матеріалів на основі заліза

Якщо виходити з необхідності визначення реологічних властивостей ансамблю порошинок як закритої системи, існують обмеження, що обумовлюють визначення ущільненості при мінімальному впливі на процес ущільнення зовнішніх чинників, які є важкокерованими і не піддаються коректній оцінці. Іншими словами необхідність виявляти ущільненість ансамблю порошинок як внутрішньої властивості, іманентно притаманне цій ізольованій системі. Природно, що ця властивість має, перш за все, максимально залежати від дисперсності і складу порошинок і мінімально - від таких зовнішніх факторів як особливості прес-форми, в якій ущільнюються частинки, температури, вологості навколишнього повітря. Є помітні відмінності в значеннях пористості порошкових брикетів, отриманих різними дослідниками при пресуванні формально ідентичних порошків або їх сумішей в зовнішньо однакових умовах. Ці відмінності в пористості не дозволяють однозначно трактувати отримані результати і, відповідно коректно оцінювати переваги тієї чи іншої рецептури порошкових сумішей або окремих порошків, і вибирати прийнятні, оптимальні або виграшні технології їх пресування. Очевидно, що коректне порівняння значень пористості матеріалів, отриманих в різних дослідженнях, можливо лише при повному дотриманні певних умов пресування. Безумовно, домогтися збігу всіх значущих умов пресування, в тому числі тих, які відповідають ГОСТ 25280-90 (СЕН 6741-89, ISO 3927-77) «Порошки металлические. Метод определения уплотняемости» [257]

(далее ГОСТ 25280-90), вельми складно; завжди є в наявності, викликані як об'єктивними, так і суб'єктивними факторами, відхилення, що вносять деякі відмінності в отриманні результати. Явища, що протікають в процесі пресування порошків складні, не всі фактори, що впливають на ущільненість ансамблю частинок відомі; все це ускладнює встановлення однозначної залежності між пористістю і тиском пресування. Крім того, використовувана відповідно до ГОСТ 25280-90 процедура не дозволяє виявити приховані можливості як відомих, так і розроблюваних нових рецептур порошкових сумішей.

Аналіз вимог ГОСТ 25280-90 [257], що регламентує процедуру визначення ущільненості металевих порошків, виявляє такі його недоліки і дає можливість запропонувати шляхи їх усунення:

1. Мінімізація зовнішнього контактного тертя, що знижує тиск виштовхування пресовки, і зменшення міжчастинкового тертя, що підвищує ущільненість порошку, є не одним і тим ж завданням, і тому не обов'язково повинно вирішуватися одним технологічним прийомом, що має враховуватися при визначенні ущільненості.

2. Змазування робочої стінки прес-форми проводиться мастилом, що містить розчинник; краще використання нерозбавленого липкого мастила, що покриває робочу поверхню прес-форми рівномірним шаром (товщиною близькою до розміру частинок порошку). Очевидно, що найбільш зручно і якісно це можна зробити, якщо прес-форма - циліндрична. Більш зручно нанесення мастил не на внутрішні поверхні прес-форми, а на відкриті поверхні попередньо отриманих брикетів. Це важливо при дослідженні ущільненості в процесах, що включають подвійне пресування. Введення органічного мастила згідно ГОСТ 25280-90 до складу порошку перетворює його в суміш, що має ущільненість, що залежить від кількості цієї добавки;

тобто введення в порошок органічного мастила перетворює його в інший об'єкт дослідження.

3. Відношення H/d близьке 1 штучно занижено, оскільки не відповідає промисловим реаліям - необхідність пресування і більш високих виробів, в тому числі з H/d рівним 8 - 10 і більше.

4. ГОСТ 25280-90 не передбачає визначення практично важливої характеристики процесу пресування - тиску виштовхування пресовок з прес-форми.

Вищенаведені недоліки, ймовірно, неможливо усунути повністю в рамках існуючої методики стандарту [257]. Тому необхідно розробити і використовувати іншу процедуру визначення ущільненості порошкових систем [258].

Використовували наступні матеріали: порошок заліза марки ПЖРВ200.28 з насипною щільністю $3,11 \text{ г/см}^3$, заваліївський графіт марки ГС-4, порошок стеарата цинку марки «С», високомолекулярний тваринний жир з високим вмістом стеаринової кислоти, аптечний вазелін ГОСТ 3582-84. Для розрахунку теоретичної щільності і пористості ущільнюються порошоків і їх сумішей використовували такі значення щільності (г/см^3): залізо - 7,83, графіт - 2,24, стеарат цинку - 1,04.

Значення ущільненості ансамблю порошкових частинок, що визначається в реальних, а не ідеальних умовах не може бути нонваріантним. З огляду на той факт, що методика визначення ущільненості повинна, відображати різноманітні умови, що реалізуються в практиці порошкової металургії, необхідно використовувати кілька різних серій експериментів.

Для проведення пресування в серії 1 експериментів використовували нероз'ємну прес-форму висотою 100 мм і робочим діаметром 10 мм. Прес-форму з вставленим нижнім пуансоном встановлювали на пластинах з

вакуумної гуми товщиною 12 мм. У прес-форму засипали наважки, проводили вручну її утрясання, вставляли верхній пуансон і проводили пресування на гідравлічному пресі марки ПГ-10. Випресування пресовок здійснювали верхнім пуансоном; при цьому фіксувалося максимальне значення стрибка зусилля при їх виштовхуванні з прес-форми (F). Для розрахунку напруги випресовки значення максимального зусилля виштовхування (F) ділили на бічну поверхню пресовки ($S_{\text{біч}}$). Отримані циліндричні пресовки (не менше трьох) зважували, вимірювали, визначали щільність і розраховували пористість.

У серії 2 експериментів додатково перед кожним пресуванням робочу стінку цій же прес-форми змащували мастилом - тваринним жиром, потім в прес-форму вставляли нижній пуансон, засипали навішення, проводили її утрясання, вставляли верхній пуансон і проводили пресування і випресовки.

У серії 3 експериментів наважки суміші пресували в тій же, незмащеній прес-формі при 400 МПа. Потім на бічну поверхню отриманих брикетів наносили комбіноване мастило, що містить вазелін, загальним шаром товщиною $\sim 0,1$ мм. Особливість комбінованого мастила - утримання його в зазорі пресування - прес-форма, без видавлювання в об'єм пресовки. Пресування з комбінованим мастилом поміщали в іншу нероз'ємну прес-форму висотою 70 мм з робочим діаметром 10,5 мм і проводили повторне пресування (допресовку) при 700 МПа.

Описану методику 3 серій експериментів випробували на трьох модельних порошкових об'єктах при використанні переважно одного тиску пресування і допресовки рівного 700 МПа.

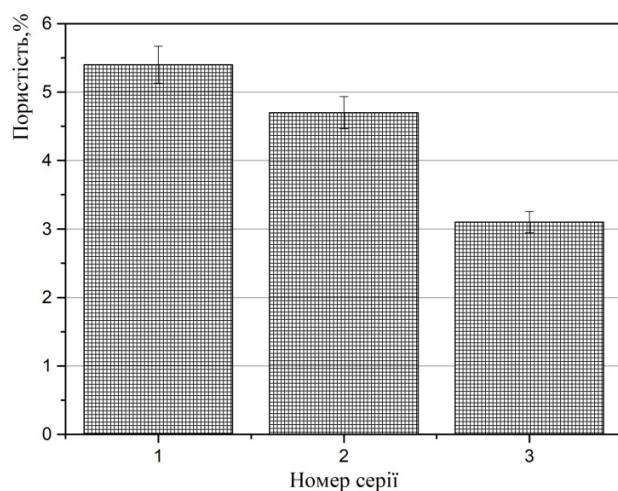
Першим з об'єктів була залізографітова суміш складу (мас.%): (Fe-98,4, графіт-1,6) -100, + 0,8% Zn стеарат, що має високу ущільненість і порівняно низьке тертя об стінки робочої поверхні прес-форми.

Використовували наважки масою 19 грам. Отримані в серіях 1, 2, 3 пресування пресовки мали деякі відмінності по висоті і відношенню H/d (табл. 3.4).

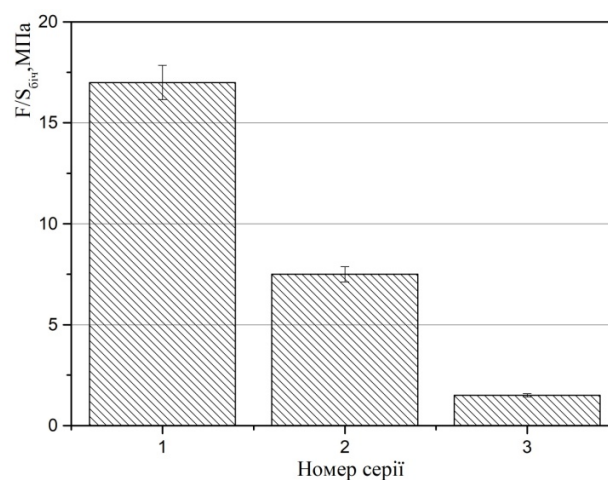
Таблиця 3.4 - Геометричні параметри отриманих пресовок

Серія	d, мм	H/d
1	10,1	3,6
2	10,1	3,4
3	10,4	3,1

На рисунку 3.25 а, б представлені пористість і тиск виштовхування пресовок.



а



б

Рисунок 3.25 - Пористість (а), відношення зусилля виштовхування пресовок з прес-форми до площі бічної поверхні (б) пресовок в серіях 1, 2, 3 пресування і допресовки при 700 МПа суміші, складу (мас.%): (Fe-98,4, графіт - 1,6) - 100 + 0,8 Zn стеар.

Значення відношення зусилля виштовхування пресовок з прес-форми до площі бічної поверхні в третій серії експериментів становило менше 1 МПа, тому для його контролю в додаткових експериментах брикети отримували при 700 МПа, а їх допресовку проводили при 1000 МПа. В результаті випресовки допресованих пресовок отримано $F/S_{біч} \sim 1,0$ МПа і пористість $\sim 2\%$.

В якості другого порошкового об'єкта використовували суміш, яка містить органічне мастило, а саме відому суміш залізо - графіт. Введення в порошок заліза 4 мас.% графіту знижує до прийняттого значення зовнішнє контактне тертя невисоких брикетів і їх пористість, що робить недоцільним використання стеарата цинку, який газифікує при спіканні з утворенням пор. Проте, при випресовці пресовок, стеарат цинку більш ефективний, ніж графіт, що свідчило про необхідність перевірки можливості додаткового зниження зовнішнього контактного тертя при пресуванні порівняно високих брикетів. Тому наважки масою 18 г суміші складу (мас.%): залізо - 96, графіт - 4 пресували при 700 МПа в нероз'ємній прес-формі з робочим діаметром 10,0 мм, змащених тваринним жиром. На ці пресовки наносили комбіноване мастило і брикети піддавали допресовці в прес-формі діаметром 10,5 мм при тому ж тиску 700 МПа. В результаті використання даної методики були отримані брикети з розмірами, представленими в таблиці 3.5.

Таблиця 3.5 - Геометричні параметри отриманих пресовок

Серія	d, мм	H/d
2	10,1	3,2
3	10,4	3,0

На рисунку 3.26 приведені значення пористості і відношення зусилля виштовхування брикетів з прес-форми до площі бічної поверхні, отримані в 2 і 3 (без першої) серіях пресування.

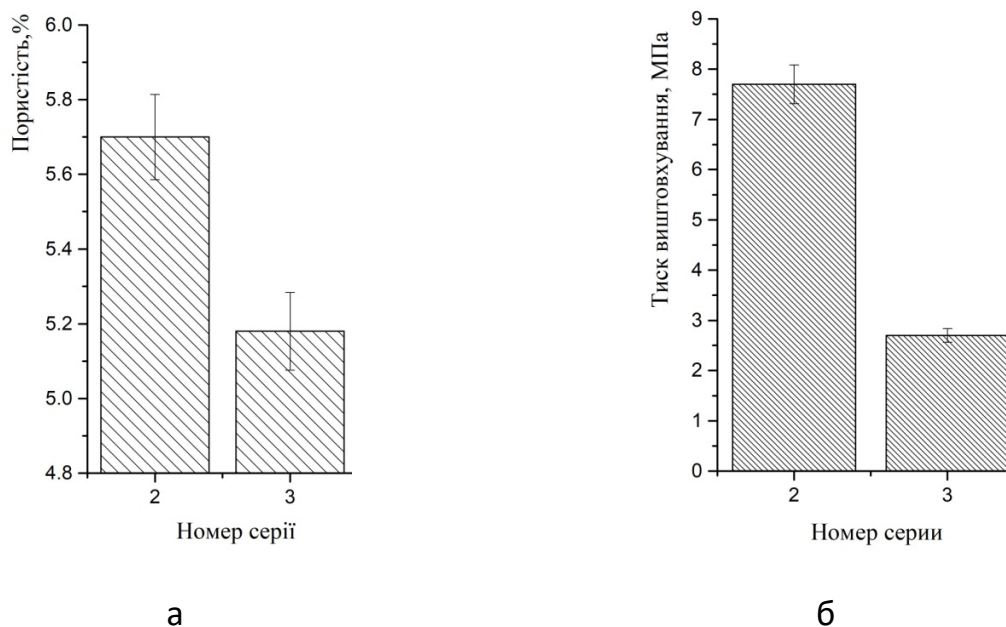


Рисунок 3.26 - Пористість (а) і відношення зусилля виштовхування брикетів з прес-форми до площі бічної поверхні (б) брикетів в серіях 2, 3 пресування і допресовки при 700 МПа суміші складу (мас.%): Fe - 96, графіт - 4.

Наведені дані показують, що допресовка при ідентичному тиску призвела до малого зниження пористості, тобто мінімальна пористість досягалась вже при первинному пресуванні. Таким чином, розглянута залізографітова суміш може бути спресована у вигляді порівняно високого брикету до низької пористості без допресовки, або, при необхідності, з допресовкою, але при 1000 МПа або більше високому тиску.

Третім об'єктом був порошок заліза без добавок, який, як і попередню суміш, пресували у вигляді наважок за скороченою подвійний схемою: 2)

пресування в змащеній прес-формі при 700 МПа; 3) попереднє пресування в змащеній прес-формі при 400 МПа, нанесення на брикети комбінованого мастила; допресовка при 700 МПа. В результаті пресування були отримані брикети з розмірами, представленими в таблиці 3.6.

Таблиця 3.6 - Геометричні параметри отриманих пресовок

Серія	d, мм	H/d
2	10,2	3,3
3	10,4	3,1

На рисунку 3.27 наведені значення пористості і відношення зусилля виштовхування брикетів з прес-форми до площі бічної поверхні, отримані в 2 і 3 серіях пресування.

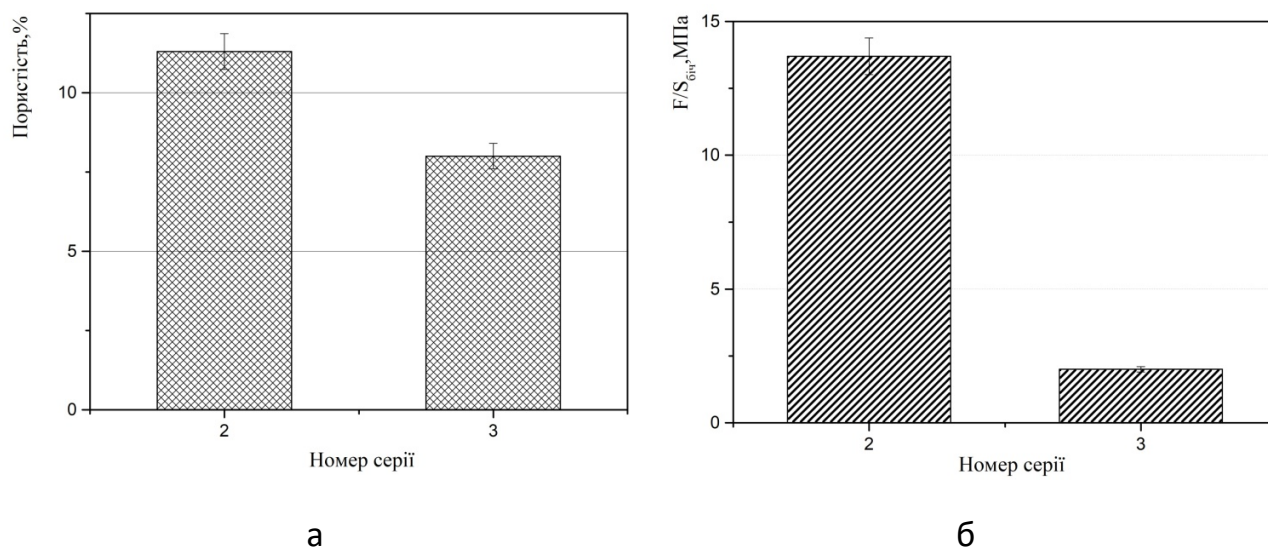


Рисунок 3.27 - Пористість (а) і відношення зусилля виштовхування брикетів з прес-форми до площі бічної поверхні (б) в серіях 2, 3 брикетів з порошку заліза після пресування і допресування при 700 МПа.

Отримані дані показали, що двоступеневе пресування не дозволяє досягти істотного зменшення пористості. Наведені дані (рис. 3.25-3.27) розділяють порошкові об'єкти, що піддаються пресуванню, на дві основні групи: а) з повною і б) з неповною процедурою визначення ущільненості. Перший об'єкт - залізографітова суміш, яка містить стеарат цинку, дозволяє застосувати повну процедуру визначення ущільненості. Її використання показало, що зниження міжчастинкового тертя за допомогою введення мастильних матеріалів (графіту і стеарата цинку) в порошок заліза не забезпечує достатнього зниження зовнішнього контактного тертя (серія 1).

Тільки поєднання внутрішнього і зовнішнього мастил (серія 2) дозволило досить (і надійно) знизити зовнішнє контактне тертя, що в свою чергу, дозволяє пресувати (і головне випресовувати) брикети з високим значенням H/d . Ця процедура (серія 2) дозволила обґрунтовано розділити два завдання: зниження міжчастинкового і мінімізації зовнішнього контактного тертя. Допресовка пресовок з комбінованим мастилом, повністю відокремлює пресовку від прес-форми (серія 3), дозволила радикально знизити зовнішнє контактне тертя і тим самим, створити умови необхідні для усунення можливої нерівнощільності пресовок по їх висоті. Згідно рисунку 3.25 має місце ієрархія знижень тиску виштовхування: спочатку в ~ 2 рази (1 і 2 серії), і потім в ~ 10 разів (2 і 3 серії).

Використання цієї ієрархії дозволяє не тільки визначити ущільненість порошкового об'єкта, а й можливість її реалізації без проблем пов'язаних з виштовхуванням брикетів з прес-форми. Досягнення високої рівнощільності пресовки по висоті (серія 3) обумовлена збереженням шару мастила достатньої товщини в зазорі і низьким опором зрушення. Таким чином, зниження первинного тиску виштовхування брикету в ~ 2 і далі і в ~ 20 разів дозволяє виявити потенціал ущільненості цієї суміші.

Суміш складу (мас.%): Fe – 96 + графіт - 4 і порошок заліза відносяться до другої групи з ідентичною, але укороченою процедурою ущільнення. Її використання також дозволяє реально виявити потенціал ущільненості досліджуваного порошку. Деяке підвищення точності визначення щільності пресовок, що містять залишки мастила в поверхневій зоні, можливо за допомогою видалення мастила розчинником [259].

Наведені процедури пресування досить прості і цілком коректні навіть при використанні прес-форм, що мають різну шорсткість робочої поверхні. На відміну від стандартної процедури вони наближені до реальних умов пресування і дозволяють вибирати прийнятний сценарій пресування; при цьому, при необхідності, визначення ущільненості може бути проведено не при одному, а різних тисках пресування. Так, на рисунку 3.28 приведені відношення H/d і відношення зусилля виштовхування брикетів з прес-форми до площі бічної поверхні, спресованих з порошку заліза в змащеній прес-формі при різних тисках.

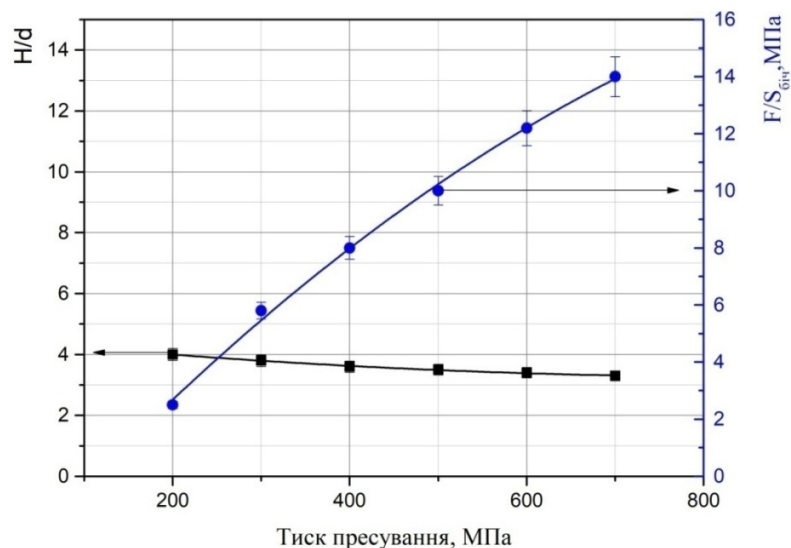


Рисунок 3.28 - Залежність відношення зусилля виштовхування пресовок з прес-форми до площі бічної поверхні (1) і H/d (2) пресовок з порошку заліза від тиску пресування в змащеній прес-формі.

На рисунку 3.29 наведено результати пресування порошку заліза при різних тисках, а також після допресовці отриманих пресовок з нанесеним комбінованим мастилом при одному тиску - 700 МПа.

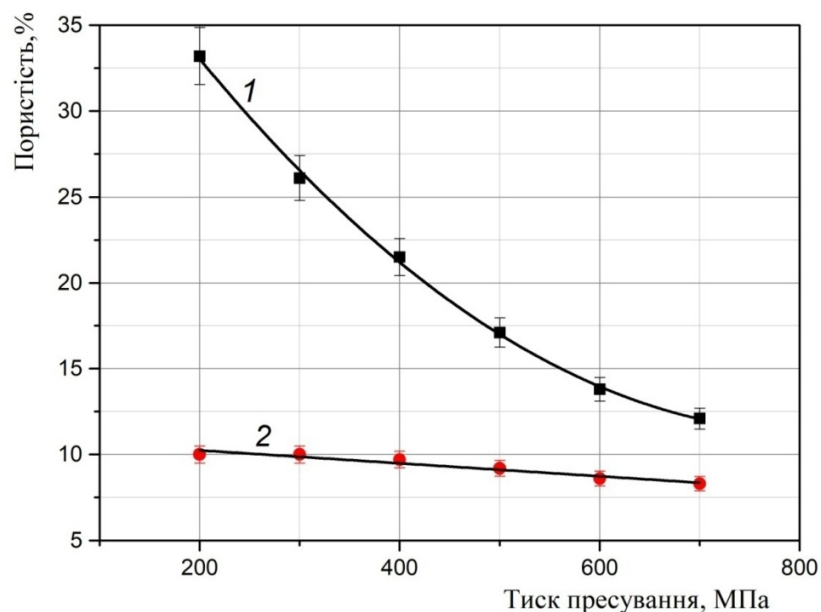


Рисунок 3.29 - Пористість брикетів з порошку заліза спресованих при різних тисках (1) і тих же брикетів допресованих при 700 МПа (2).

У більшості випадків при пресуванні різних порошків залежність пористості - тиск має експонентний характер, однак для деяких матеріалів залежність може бути лінійною функцією (рис. 3.29).

Порівняння отриманих даних (рис. 3.28, 3.29) свідчить про те, що допресовка призводить до згладжування залежності пористості брикетів від вихідного тиску пресування; при цьому суттєво знижується їх тиск виштовхування (не більше 2 МПа).

Отримані в цьому експерименті криві ущільнення і допресовки, свідчать про можливість отримання брикетів з високим H/d з сумішей на

основі порошку заліза, що не містять органічних і твердих мастил, по двостадійній схемі: а) попереднє пресування при 300 - 400 МПа і б) подальша допресовка брикетів з комбінованим мастилом при тисках 700 МПа і більше.

В цілому, наведені дані найбільш цікаві для порошку заліза, що є сировинною основою порошкової металургії. Перш за все, вони свідчать про необхідність вдосконалення процесів пресування найбільш доступних порошкових сумішей, а саме, залізо-графіт до пористості не вище 8 об. %. Очевидно, що вдосконалення складу мастил для прес-форм може дозволити одностадійно пресувати брикети для спікання середньо навантажених деталей.

Запропонована процедура визначення ущільненості є досить інформативною для коректного вибору необхідного варіанту ущільнення багатьох відомих і перспективних порошкових об'єктів. Вона становить практичний інтерес - створення нових ситуацій при ущільненні, а також дозволяє істотно розширити відомі уявлення про феноменології процесу пресування.

3.5 Можливість виготовлення довгомірних заготовок із порошкових об'єктів

Виготовлення брикетів з порошків металів включає дві основні технологічні завдання: отримання невисоких брикетів складної форми, що перетворюються при спіканні в готовий виріб, виготовлення довгомірних рівнотовщинних циліндричних брикетів, вертикальним пресуванням, з отриманням рівнощільних по висоті спечених виробів.

Більшість технологій пресування включають переважно рішення першого завдання, хоча практичне рішення другого завдання також

доцільно. Не виключено, що відсутність попиту на спечені щільні довгомірні пресування з металевих порошків, перш за все, обумовлено практичною неможливістю або підвищеною складністю їх виготовлення. Можна вважати, що пресовкою - довгоміром є така, яка має відношення H/d - 16/1 і більше, - це співвідношення дворазово перевищує наведений в роботі [69] значення 8/1 як граничне для пресовок.

Відомі способи отримання порошкових довгомірних заготовок мають поряд з незаперечними перевагами і деякі недоліки: мундштучне пресування і екструзія - висока пористість після видалення пластифікатора [260]; дозована засипка та ущільнення порошку в матрицю - низька міцність в місцях стиків окремих порцій порошків [261]; пресування скошеним пуансоном - нерівномірність розподілу щільності по перетину заготовки [262]; прокатка - обмеження форми заготовок [260]; ізостатичне пресування - недовговічність оболонок і обмеження за розмірами робочої камери установки [260]. До того ж, мабуть, також відсутній проста і наочна процедура визначення можливості виготовлення довгомірних заготовок, без використання спеціально виготовлених прес-форм.

Використовували порошок гідриду титану TiH_2 (ТУ У 14-10-026-98) в стані поставки, вибір якого був обумовлений доцільністю виготовлення з нього титанових виробів [263-267]. Виявлення можливості виготовлення довгомірних брикетів проводили при температурі 15 - 27 °С наступним чином [268].

Для одностадійного пресування використовували циліндричну нероз'ємну прес-форму з робочим діаметром 10 і висотою 100 мм, в яку завантажували з утрясанням, наважки TiH_2 масою 11 г. З метою зниження зовнішнього контактного тертя перед кожним завантаженням наважки порошку гідриду титану, робочий канал прес-форми рівномірно змащували

високомолекулярним тваринним жиром з високим вмістом стеаринової кислоти, відповідно до методики, описаної вище.

Для реалізації двохстадійної схеми виготовлення довгомірних заготовок використовували дві різні прес-форми [269]. Спочатку проводили одностадійне пресування наважок TiH_2 при різних тисках в незмащень роз'ємній прес-формі, що має робочий діаметр 10 і висоту 100 мм. Отримані брикети зважували і обміряли для розрахунку їх щільності і пористості. Потім проводили двостороннє допресування отриманих брикетів в нероз'ємній прес-формі діаметром 10,5 мм і висотою 70 мм. Перед допресуванням на утворюючу поверхню кожного брикету наносили комбіноване мастило, товщиною 0,11 - 0,15 мм після чого брикет поміщали в прес-форму і проводили його одностадійне допресування при однаковому, рівному 800 МПа, тиску. Після проведення цих експериментів була експериментально встановлена можливість допресування з використанням комбінованого мастила брикетів отриманих в змащень, але нероз'ємній прес-формі.

На рисунку 3.30 представлена пористість отриманих брикетів від тиску їх пресування в змащень нероз'ємною прес-формі та відношення H/d в отриманих брикетах і відношення зусилля виштовхування з прес-форми до їх бічної поверхні.

Зростання навантаження при пресуванні брикетів протікав плавно до тиску 500 - 550 МПа; далі навантаження зростала нерівномірно, що обумовлено руйнуванням зовнішнього суцільного шару мастила, і відповідно, посиленням тертям на цих ділянках гідриду титану об стінку прес-форми.

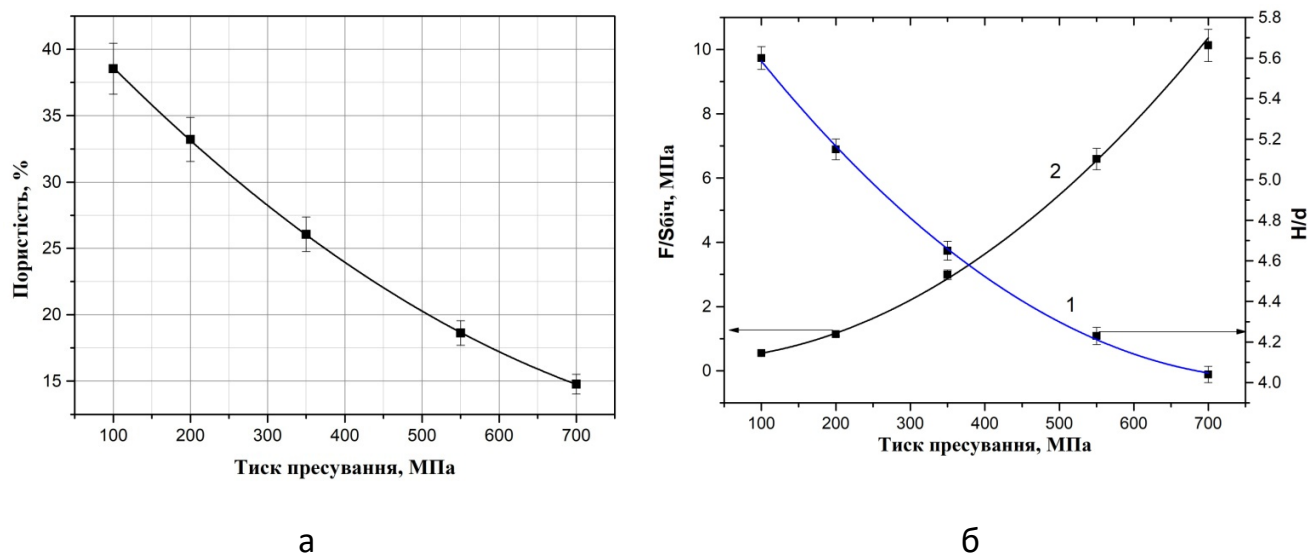


Рисунок 3.30 - Пористість брикетів з порошку TiH₂ (а) та відношення висоти до діаметру (1) і відношення F/S_{біч} (2) в залежності від тиску їх пресування в змащній нероз'ємній прес-формі

На рисунку 3.31 представлені значення пористості вихідних і допресованих брикетів від тиску їх первинного пресування та відношення H/d і ставлення F/S_{біч} допресованих брикетів з нанесених на них мастилом в незмащній роз'ємній прес-формі.

На відміну від пресування в змащній нероз'ємною прес-формі, процес пресування незмащній роз'ємній прес-формі протікав з вкрай нерівномірним зростанням навантаження у всьому діапазоні тисків пресування. Це свідчило про те, що основною причиною нестійкого характеру пресування є високе зовнішнє контактна тертя частинок TiH₂ об незмащені стінки прес-форми.

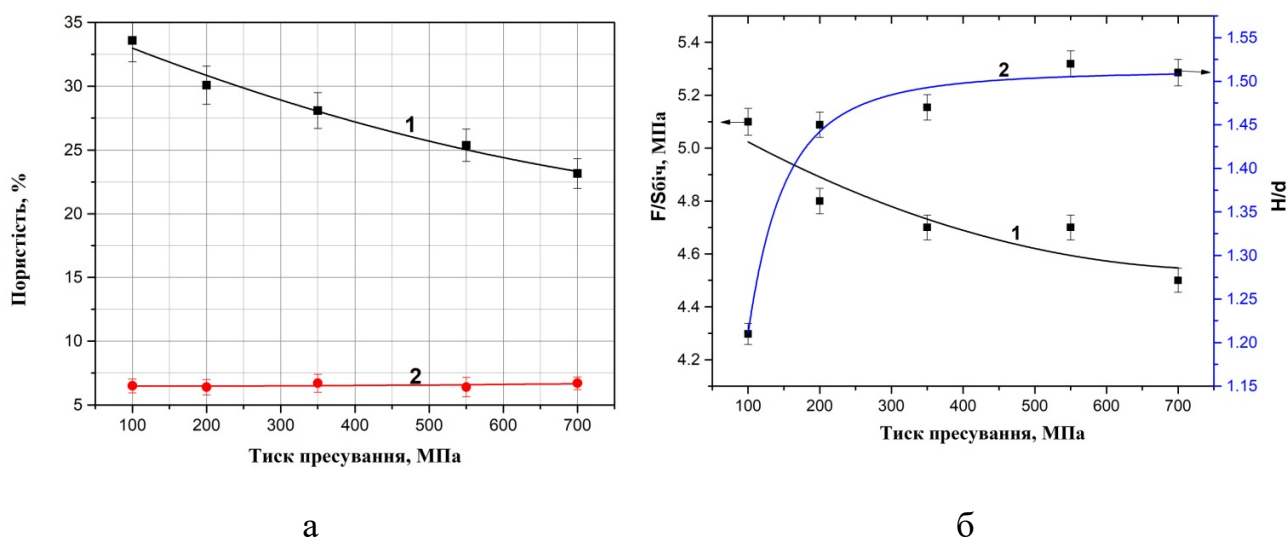


Рисунок 3.31 - Пористість брикетів з порошку TiH_2 в залежності від тиску пресування в роз'ємній незмащеній прес-формі (1) і після допресування цих брикетів з нанесеною на них комбінованим мастилом в нероз'ємній прес-формі при 800 МПа (2) (а) та відношення висоти до діаметру (1) і відношення $F/S\delta t_{ch}$ (2) при допресуванні змащених брикетів з порошку TiH_2 в залежності від тиску їх первинного пресування в незмащеній прес-формі (б).

Таким чином, було встановлено, що пресування порошку TiH_2 без змащення стінки каналу прес-форми технічно недоцільно. Як впливає з наведених даних (рис. 3.31 а), допресовка брикетів з нанесеним на них мастилом істотно знижує їх пористість і при цьому практично нівелює їх відмінність від вихідної пористості.

Представлені на рисунку 3.31 б дані свідчать про те, що нанесення комбінованої мастила на брикети, повністю усуває їх контакт з прес-формою, дозволяє істотно знизити тиск виштовхування брикетів з прес-форми і при цьому знизити їх пористість.

Дослідження можливості одностадійного виготовлення укорочених брикетів, без їх допресовки, проводили в другій серії експериментів з використанням водорозчинного мастила (на основі гліцерилстеарату) додається до порошку TiH_2 в кількості 1 мас. %. Після ретельного ручного їх розтирання в ступці отриману суміш у вигляді наважок масою 5 г ущільнювали в нероз'ємній прес-формі з робочим діаметром 10 і висотою 70 мм. Пресування проводили при температурі 23°C . З отриманих брикетів екстрагували мастило відомим способом за допомогою їх кип'ятіння у воді протягом 1 години. Після кип'ятіння брикети піддавали примусовому сушінню при температурі $105\text{--}110^\circ\text{C}$. На рисунку 3.32 а, б представлені залежності тиску виштовхування брикетів з прес-форми і їх пористість в залежності від тиску пресування.

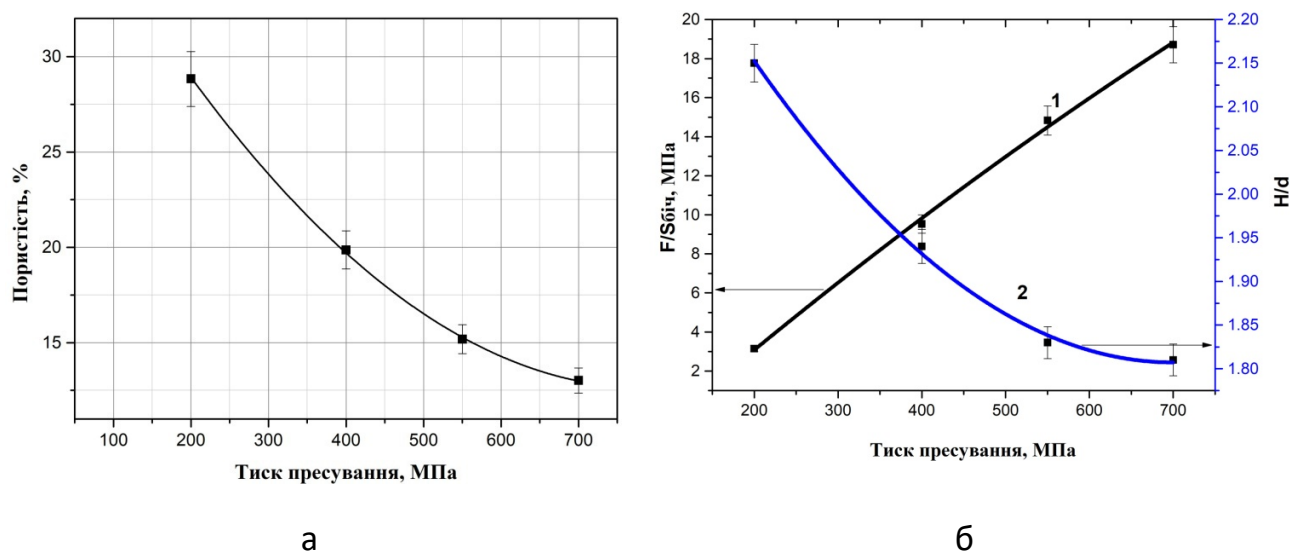


Рисунок 3.32 - Пористість пресовок із суміші порошку TiH_2 - водорозчинне мастило (а) і тиск виштовхування (1) і відношення H/d брикетів із суміші порошку TiH_2 - мастило (2) (б) в залежності від тиску пресування.

Наведені на рисунку 3.32 а дані свідчать про цілком ефективне ущільненні суміші вже при 550 МПа. Дані, наведені на рисунку 3.32 б, показують, що мало місце істотне наростання відношення $F/S_{біч}$ пресовок при підвищенні тиску пресування. Тому була досліджена можливість його зниження додатковим (до введення водорозчинної мастила в об'єм брикету) змазуванням прес-форми перед завантаженням в неї наважки суміші. На рисунку 3.33 наведені значення пористості брикетів і відношення $F/S_{біч}$ в залежності від тиску пресування, при змазуванні прес-форми тим ж водорозчинним мастилом (рис. 3.33 а) і тваринним жиром (рис. 3.33 б).

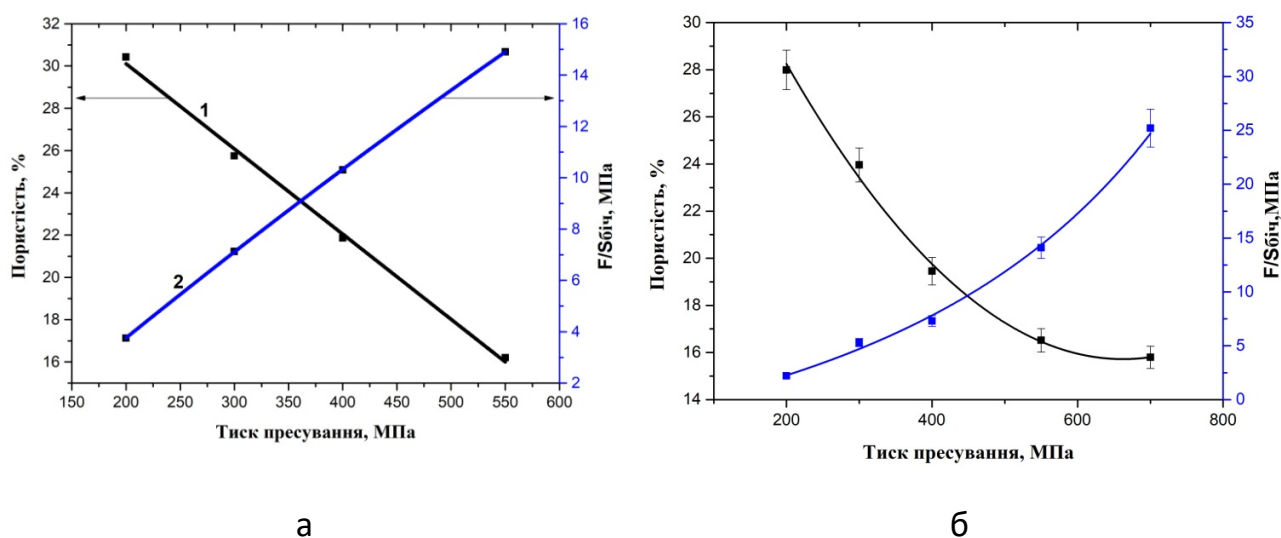


Рисунок 3.33 - Пористість (1) брикетів із суміші порошку TiH_2 - мастило і відношення $F/S_{біч}$ (2) в залежності від тиску їх пресування в прес-формі, змащень водорозчинним мастилом (а) та пористість брикетів (1) із суміші порошку TiH_2 - мастило і відношення $F/S_{біч}$ (2) в залежності від тиску їх пресування в прес-формі, змащень тваринним жиром.

Наведені дані показують, що додаткове змазування прес-форми не дозволило знизити тиск виштовхування брикетів до значення реалізованого

раніше (рис. 3.30 б). Ця кількісна невідповідність результатів обумовлено тим, що другу серію експериментів проводили при більш високій температурі (25-27 °С). Останнє сприяло зниженню в'язкості мастила і, відповідно, прискорювало її течю під навантаженням, тобто, підвищення температури пресування, сприяло видавлювання її в об'єм (пори) брикету. Відповідно, руйнування суцільного шару мастила, яке відділяє брикет від стінки прес-форми, приводило до контакту брикету зі стінкою прес-форми, тобто до збільшення зовнішнього контактного тертя, і відповідно зростанню тиску виштовхування.

Через технічні обмеження пресування порошку гідриду титану проведено в даній роботі в порівняно вузькому діапазоні тисків (100 - 800 МПа), що і зумовило близькість до прямолінійної залежності пористості від тиску пресування (рис. 3.30 а). З огляду на дані роботи [270], можна вважати, що для побудови повноцінної залежності щільності брикетів з порошку гідриду титану (і багатьох інших порошків) від тиску пресування, необхідно проводити його ущільнення до тиску 5000 - 6000 МПа.

Таким чином, дослідження одностадійного і двостадійного пресування порошку гідриду титану в циліндричних прес-формах дозволило отримати значення тиску їх виштовхування необхідні для визначення можливості отримання довгомірних практично рівнощільних брикетів. Радикальне зниження тиску виштовхування при допресовці брикетів обумовлено значним зниженням зовнішнього контактного тертя, що відповідно, призводить до підвищення загальної щільності брикетів і сприяє усуненню відмінності щільності по висоті.

Особливості холодного пресування безкисневих тугоплавких сполук [271] і твердосплавних сумішей [272] представляють значний практичний інтерес. Недостатня вивченість процесів холодного пресування твердосплавних сумішей зумовила необхідність проведення досліджень

пресування сухих (тобто без пластифікатора) сумішей ВК6 і КХН25. Зазначені суміші пресували в роз'ємній прес-формі діаметром 10 мм із співвідношенням H/d одержуваних брикетів не менше 2 [273].

Попередньо було встановлено, що пресування сумішей в незмащеній прес-формі протікає з вібрацією і стрибками тиску, а одержувані брикети проявляють схильність до одно - триразового розшарування. Змащування робочої поверхні прес-форми тваринним жиром або машинним маслом знижувало зовнішню контактну тертя, і відповідно, усувало розшарування практично повністю. З огляду на можливий внесок металів (Co, Ni) як пластичної складової твердосплавних сумішей був проведений безокислювальний відпал суміші ВК6 при 950°C 1 годину. Було встановлено, що пресування відпаленої суміші в змащеній прес-формі незмінно протікає з множинним розшарується брикетів, що може бути обумовлено підвищенням їх пружної післядії. При пресуванні суміші КХН25 при 700 МПа отримані добре відтворювані значення пористості - 38%, а при пресуванні суміші ВК6 при тисках 200, 400, 550 і 700 МПа були отримані наступні значення пористості брикетів: 48; 44; 42; 40%.

Допресовку отриманих брикетів із суміші ВК6 проводили в тій же роз'ємній прес-формі, при тиску 700 МПа. Встановлено, що допресовка протікає без розшарується з невеликим зниженням пористості; так в брикетах, спресованих при 400 МПа і допресованих при 700 МПа, пористість знизилася з 44% до 40% (рис. 3.34).

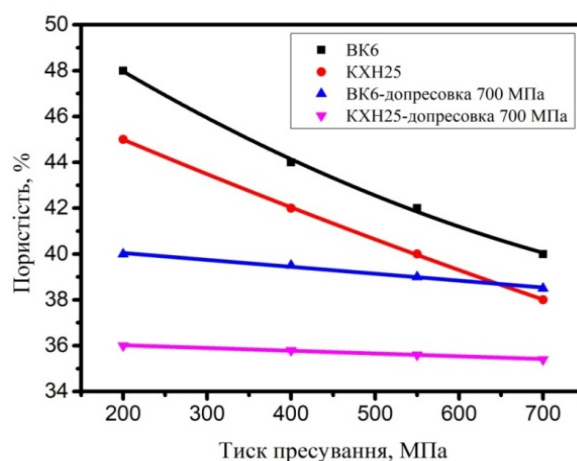


Рисунок 3.34 – Залежність пористості від тиску пресування та допресування твердосплавних сумішей ВК6 та КХН25

Порівняно низька технологічна міцність одержуваних брикетів, їх схильність до руйнування при розпресовці прес-форми через зіткнення з нижньою плитою преса, зумовили необхідність розробки способу усунення зазначених недоліків. З цією метою використовували роз'ємну прес-форму, яку встановлювали на сталеву ємність з бензином. В цьому випадку при випресовці брикет падав в бензин, занурювався на дно ємності і просочувався бензином.

Після просочення брикети витягували з бензину і розміщували на дні алунового тигля, в якому їх піддавали природної або примусовій сушці; після сушіння тигель з брикетами поміщали у вакуумну піч і проводили спікання. Таким чином, описана процедура пресування забезпечувала деяке підвищення міцності брикету за рахунок стягуючих капілярних сил і включала єдиний динамічний, але щадний, контакт з брикетом, при його вилученні з бензину і установці в тигель.

Описані експерименти показали, що холодне пресування твердосплавних сумішей, що містять наклепані (і відповідно, не пластичні) при їх розмелюванні металеві мікрочастинки, подібно пресування порошків

тугоплавких сполук, що не проявляють схильності до розшарування через низьку пружну післядію. Її збільшення, за допомогою відпалу і, відповідно, підвищення пластичності металевої складової, ініціює розшарування. Можливість управління властивостями брикетів з твердосплавних сумішей, одержуваних пресуванням і подальшим їх просоченням рідиною, що добре змочує, може виявитися затребуваним при виготовленні твердосплавних виробів.

Результати поведінки ущільнення твердосплавних сумішей було застосовано при виготовленні твердосплавних осердь для бронебійних патронів стрілецької зброї.

3.6 Застосування зовнішніх оболонок в процесі допресування в умовах статичного пресування

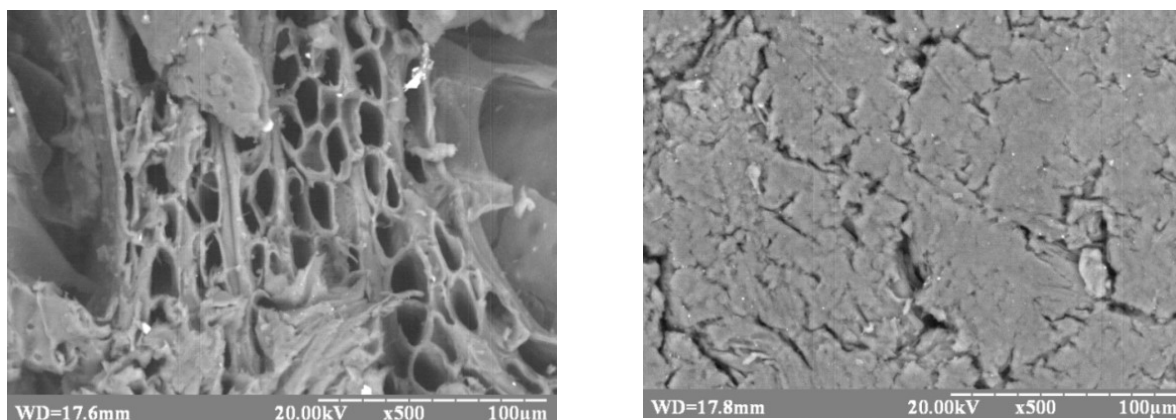
Традиційні способи пресування, володіючи багатьма перевагами, не вирішують повністю проблему отримання виробів простої і складної форми з порошкових матеріалів. З різноманіття існуючих процесів формоутворення слід виділити квазіізостатичне пресування - сухе ізостатичне пресування, при якому до пресовки прикладається постійний всебічний тиск, що забезпечує рівномірний розподіл щільності за об'ємом [274]. Сухе ізостатичне пресування дозволяє забезпечити створення по контуру форми рівномірний тиск за рахунок використання еластичних середовищ з властивостями близьким до рідин. На відміну від гідростатичного пресування відпадає необхідність у забезпеченні герметичності форми з порошком, так як вона може бути ізольована від робочої рідини, що спрощує конструкцію обладнання і дозволяє автоматизувати процес.

З відомих видів сухого ізостатичного пресування - пресування порошку в товстостінних оболонках є найпростішим і універсальним [274].

Цей метод не потребує спеціального дорогого обладнання. Правильний вибір матеріалу оболонки може істотно вплинути на кінцеві результати пресування, тому до оболонки висуваються певний ряд вимог. В якості матеріалів для оболонок зазвичай застосовують гумові маси, каучуки, желатини (у вигляді водних розчинів), поліуретан, а також парафіни й віск [275]. Проте, на сьогодні, використання полімерних матеріалів є не зовсім виправданим як з економічної точки зору (вони постійно зростають в ціні), так і з екологічності. При розробці нових технологій та матеріалів такі критерії як екологічність або витрата сировини та енергоресурсів дуже часто відходять на другий план. Але, в кінцевому рахунку, вони грають дуже помітну роль тому, що в значній мірі диктують ринкову ціну виробу. Саме тому інтерес до матеріалів на основі поновлюваних видів сировини стрімко зростає. Одним з таких прикладів може служити деревина. Завдяки новим технологіям вона може сьогодні в багатьох областях успішно конкурувати з металами, полімерами і навіть керамікою [276, 277].

Начальним етапом досліджень було визначення ущільнюваності деревини в залежності від породи, яка визначає вихідні щільність та твердість матеріалу [278]. Для цього були виготовлені заготовки циліндричної форми із деревини твердої та м'якої породи (дуб та вільха відповідно) діаметром 16 мм та висотою 20 мм. Після обмірювання циліндричних заготовок із деревини їх піддавали пресуванню у нероз'ємній прес-формі під тиском 150, 200, 250 та 300 МПа. Як показали дослідження різні породи дерева мають принципово різні ступені ущільнюваності на однакових тисках. Тверда порода, яка має вихідну щільність близько $0,6 \text{ г/см}^3$, починає суттєво деформуватися під тиском 250 МПа, досягаючи значень по щільності близько $1,0 \text{ г/см}^3$. Для м'якої породи дерева достатнім тиском, для того щоб отримати високу щільність, є 200 МПа, при такому тиску щільність м'якої породи деревини зростає втричі з $0,3 \text{ г/см}^3$ до $1,0$

г/см³. Дані результати є цілком логічними, оскільки м'яка порода є більш пластичною і піддається деформації вже на малих тисках (рис. 3.35).



а

б

Рисунок 3.35 – Структура деревини: перед пресуванням (а), після пресування при 250 МПа (б)

Аналізуючи попередні результати пресування деревини треба зазначити, що найбільш перспективною з точки зору використання деревини в якості оболонки для сухого ізостатичного пресування є м'яка порода, яка має меншу твердість і краще деформується на малих тисках пресування.

Наступним етапом досліджень було визначення можливості використання оболонки із м'якої породи деревини для сухого ізостатичного пресування. Із циліндричних заготовок на токарному верстаті було виточені стаканчики необхідного розміру з товщиною стінок 2 мм.

В стаканчик засипали суміш залізного порошку із 4 % графіту у вільно засипаному стані, а також попередньо спресовані брикети під тиском 700 МПа у прес-формі діаметром 10 мм. Після цього стаканчик із деревини вставлявся у порожнину прес-форми діаметром 17 мм на нижній пуансон, закривався кришкою із деревини, вставлявся верхній пуансон і проводили двостороннє пресування під тиском 700 МПа.

Пресування вільно засипаного порошку у оболонці із деревини дозволило отримати щільність близько 3-4 %. Треба зазначити, що щільність суміші залізного порошку з графітом (4 %) у звичайній закритій прес-формі відповідає 13-14 % (рис. 3.6). Отримані результати підтверджують той факт, що відсутність зовнішнього тертя пресовки об стінки матриці відіграє важливу роль при ущільненні залізного порошку.

Квазіізостатичне пресування попередньо спресованих брикетів дозволило отримати щільність $7,2 \text{ г/см}^3$, що відповідає беспористому стану, це також можна вважати позитивним результатом, оскільки допресовка брикетів із даної суміші залізного порошку із добавками графіту дозволяє отримати пористість близько 4-5 %.

Отримані результати підтверджують важливість впливу зовнішнього контактного тертя пресовок об стінки матриці, що визначає ефективність процесу ущільнення порошкових систем, як при пресуванні, так і допресовці.

Іншим варіантом застосування оболонок при пресуванні було капсулювання вологих сумішей – внутрішнього осердя, іншою сумішшю – оболонкою. При проведенні роботи були спочатку враховані такі положення. Для первинної оцінки прийнятності технології капсулювання можуть бути використані порошки - імітатори. Для запобігання гігієнічно неприйнятному впливу пилу, порошки повинні використовуватися тільки у вологому стані; отже, повинні бути враховані результати робіт [279]. В якості вихідного матеріалу капсул можуть використовуватися недефіцитні і дешеві неметалеві і металеві порошки, які швидко спікаються після ущільнення. Для ефективного компактування порошкових відходів їх бажано пресувати при досить високому тиску (400-800 МПа). Вологий порошок, що піддається капсулюванню може бути перетворений в міцний, порівняно безпечне осердя, яке далі може бути запресоване в безперервну

порошкову оболонку. Міцне осердя будь-якого розміру можна виготовити з вологого порошкового матеріалу його заморожуванням; в цьому випадку порошкові частинки зв'язуються льодом в міцний конгломерат [280], яким просто і безпечно маніпулювати. Згідно діаграмі стану води, температура її плавлення знижується при підвищенні тиску ($\sim 1^\circ\text{C}$ на 100 МПа) [281].

Таким чином, при пресуванні осердя з оточуючим його капсулюючим порошковим матеріалом вода, що міститься в осерді у вигляді льоду, повинна плавитися і, відповідно, осердя перетворюється в суспензію, яка ущільнюється з видавлюванням з його об'єму води в порошкову оболонку і далі за її межі.

В якості вихідного капсулюючого матеріалу використовували суміш залізного порошку марки ПЖРВ200.28 з добавкою 0,8% (мас.) стеарата цинку. Порівнювали ущільненість цієї суміші при заповненні міжчастинкових пор повітрям, водою і льодом [282]. Оскільки стеарат цинку, що покриває частинки заліза, перешкоджає змочуванню останніх, при пресуванні із заповненням пор водою в неї додавали ПАР на основі фосфату натрію. Після засипки в нероз'ємну прес-форму діаметром 12 мм на суміш наливали з воду в кількості, що дорівнює розрахунковому об'єму пор суміші в стані утруски [283].

Спочатку проводили підпресовку зволоженої суміші при тиску 50 МПа, після чого прес-форму з пуансонами і сумішню заморожували при $(6-8)^\circ\text{C}$ в морозильній камері побутового холодильника протягом 3-4 год. Після заморожування відразу проводили остаточне пресування при тисках 200 - 800 МПа в тій же прес-формі. Для порівняння результатів ущільнення замороженої суміші з залізного порошку також, але при кімнатній температурі, проводили пресування даної суміші з водою, а також без неї, тобто пресували суху суміш.

Залежність пористості брикетів при заповненні міжчастинкових пор суміші, що ущільнюється з повітрям, водою і льодом та тиску виштовхування від тиску пресування показана на рисунку 3.36.

Відмінності в ущільненості суміші із заповненням міжчастинкових пор різними середовищами не радикальні, проте, вони є (рис. 3.36 а), і для їх розуміння доцільно врахувати наступні природні фактори. Перший - наявність води і, взагалі рідини, що добре змочує частинки заліза, при їх ущільненні може сприяти більш щільною перекладки цих частинок. При пресуванні з льодом він плавиться, тобто перетворюється в воду, яка може також сприяти щільній переукладці частинок.

Другий - при знятті навантаження з брикету, одержуваного пресуванням суміші з льодом, переохолоджена вода, що заповнює міжчастинкові пори, знову спонтанно кристалізується і, відповідно, з прес-форми виштовхується брикет з композиції суміш-лід. Оскільки, обсяг льоду більше обсягу води, при зворотному перетворенні води в лід може проявлятися розклинюючий вплив льоду, що збільшує відстань між частинками заліза.

Третій - при високому тиску пресування частка замкнутих пор в брикеті істотно зростає. У розглянутих умовах пресування в замкнутих порах стискається повітря або вода. Стисливість води дуже мала, порівняно з стисливістю повітря [284], тобто вода чинить більший опір зменшенню обсягу замкнутих пор, іншими словами, перешкоджає ущільненню при високому тиску.

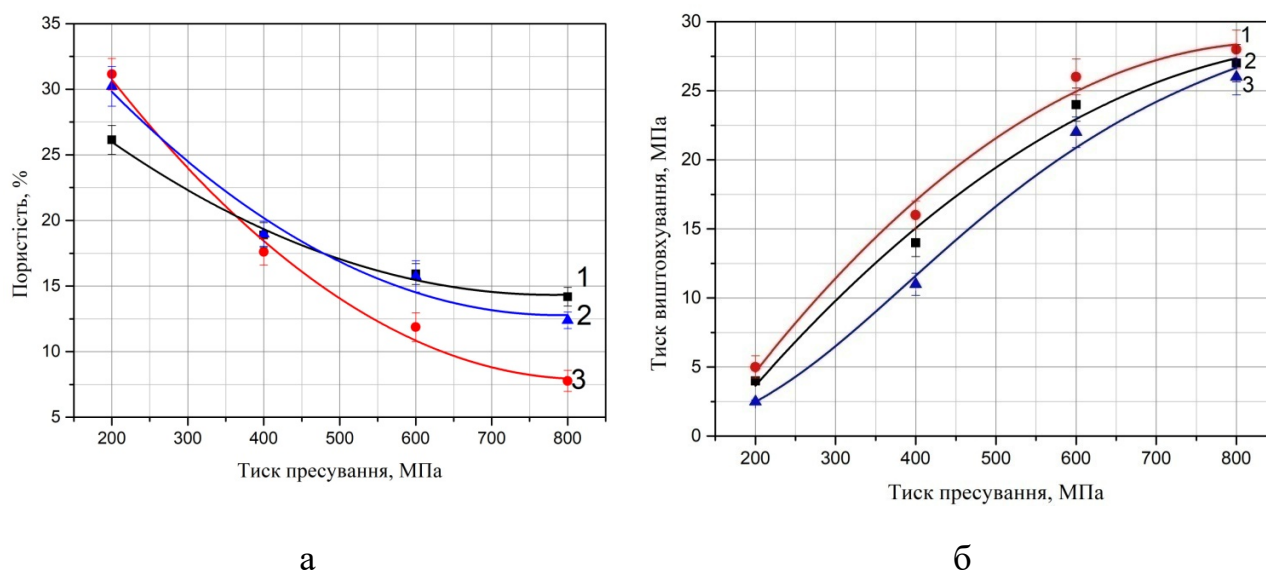


Рисунок 3.36 - Пористість брикетів суміші Fe - стеарат цинку (а) та тиск виштовхування (б) залежно від тиску пресування: 1 - з водою; 2 - з льодом; 3 - з повітрям

Ці три чинники вносять різний внесок в ущільненість суміші при різних тисках. При малих тисках пресування (коли немає замкнутих пор) превалює позитивний вплив першого фактора (наявність води), при високих - негативний вплив другого і третього факторів, в результаті чого "виграє" пресування з повітрям. Відмінності в пористості при пресуванні під тиском 200 і 800 МПа, можуть пояснюватися зазначеними положеннями. Значення тиску виштовхування з прес-форми брикетів, спресованих із заповненням міжчастинкових пор різними середовищами свідчать про природне зростання тиску виштовхування при збільшенні тиску пресування (рис. 3.35 б). Вода в міжчастинкових порах тільки незначною мірою зменшує тиск виштовхування.

При капсулюванні брикетів з різних матеріалів (пісок, порошки заліза і міді, глина) отримані наступні залежності усередненої пористості (рис.

3.37). Як впливає з представлених даних, пористість брикетів істотно залежить від природи матеріалу осердя: менша пористість спостерігається у брикетів з осердям з глини (5%), найбільша пористість - для залізної стружки і піску (більше 30%). При цьому пористість замороженого і не замороженого керна трохи відрізняється.

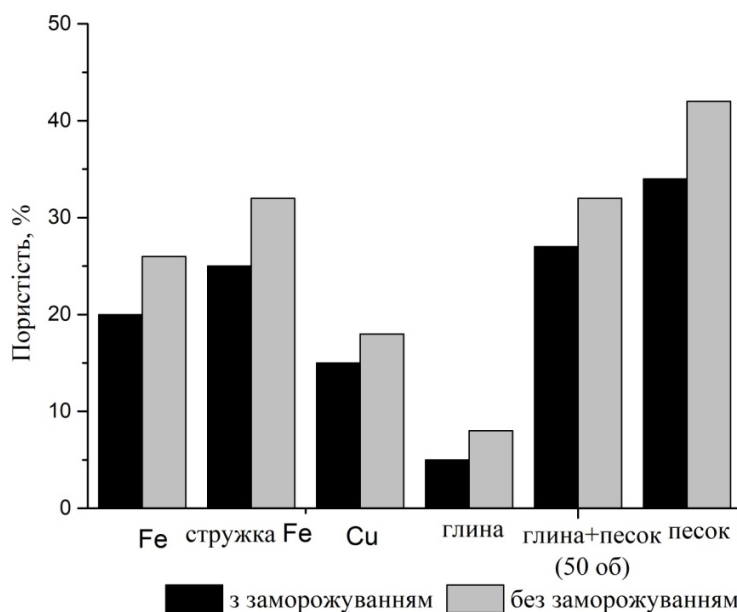


Рисунок 3.37 - Залежність усередненої пористості капсульованих брикетів спресованих при тиску 800 МПа від складу осердя

Використання замороженого осердя дозволило реалізувати більш щадний механізм ущільнення капсули, в порівнянні з ущільненням сумішей без заморожування. Це помітно при пресуванні як крихких, так і пластичних матеріалів. У разі пресування осердя без заморожування утворюються тріщини на поверхні зразків, тобто на поверхні капсули, а при пресуванні з використанням льоду в якості зв'язки для осердя, утворення тріщин зменшується або вони взагалі зникають. При прикладанні тиску лід переходить в рідкий стан, і, вода видавлюється з керна та рівномірно розподіляється в порах матеріалу оболонки, не перешкоджаючи ущільненню самого осердя, полегшуючи ущільнення матеріалу капсули

(суміші залізо - стеарат цинку). Після спікання осердя опиняється в капсулі з ущільненого і спеченого залізного порошку (рис. 3.38).



осердя – мідь, без заморожування



осердя – мідь, із заморожуванням



осердя – глина, без заморожування



осердя – глина, із заморожуванням

Рисунок 3.38 - Вид спечених при температурі 1100 °С в водні капсульованих зразків в розрізі

Як впливає з рисунку 3.38 без використання заморожування в осерді утворюються тріщини; тріщини утворюються і в залізній капсулі, що обумовлено тим, що при прикладанні тиску, тверде осердя без зв'язки чинить опір зовнішньому навантаженню, перешкоджаючи ущільненню оболонки з заліза. При пресуванні з заморожуванням, спостерігається

істотна відмінність в реакції осердя на тиск через зміну його агрегатного стану - порівняно міцне осердя під дією тиску перетворюється в суспензію, що легко деформується.

3.7 Вплив допресування на процес ущільнення та спікання порошкових сумішей залізо – кремній

Магнітно-м'які сплави заліза і кремнію [285] виготовляють наступними методами: плавкою і литтям [286], пресуванням і спіканням порошків заліза і кремнію [287], силіціюванням брикетів, спресованих з порошку заліза, проведеним як у вигляді окремої операції, так і суміщенням з спіканням брикетів [288]. Кожен із зазначених методів має свої технологічні та економічні переваги кращі при виготовленні різних груп магнітно-м'яких виробів. Можливе поєднання зазначених способів, однак така можливість не враховується, хоча і може виявитися корисною. Найменш досліджено процеси пресування і спікання сумішей порошків заліза і кремнію, через високу твердість порошку кремнію, який погіршує ущільнення суміші на основі заліза.

Для виготовлення суміші складу (мас.%): Fe - 95, Si - 5 використовували порошок заліза марки ПЖРВ 200.28, кремнію марки КР-1 [289]. За даними хімічного аналізу вміст кисню в порошку кремнію становило ~ 1 мас. %.

Дисперсність вихідного порошку кремнію, що визначали за допомогою лазерного дифракційного аналізатора Malvern Mastersizer 2000, наведено на рисунку 3.39.

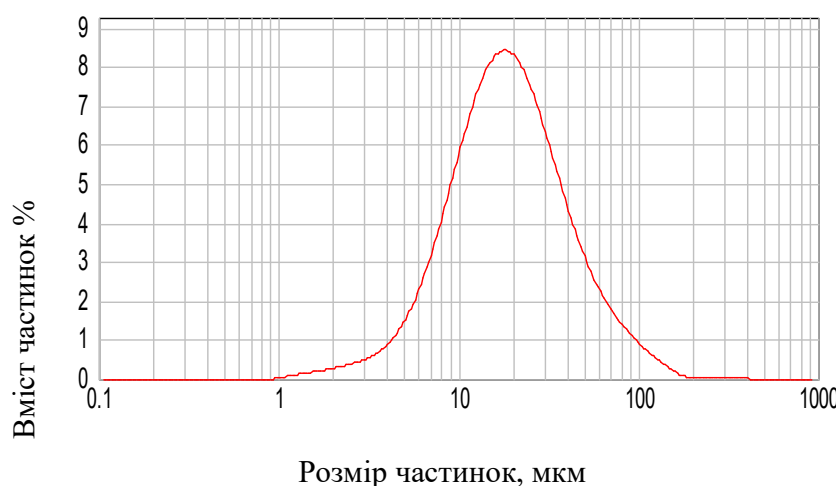


Рисунок 3.39 – Розподілення частинок порошку кремнію

Пресування суміші проводили в роз'ємній прес-формі діаметром 10 мм при тиску 700 МПа. Щільність брикетів визначали розрахунковим методом. Теоретична щільність такої суміші становить $\sim 7,01 \text{ г / см}^3$; об'ємний вміст кремнію в суміші $\sim 15 \text{ об. \%}$.

Встановлено, що після пресування в серединній частині брикетів має місце зона непропресовки, яка обумовлює виникнення в брикетах кільцевої тріщини, тому частина брикетів мимовільно розпадалася. Щільність отриманих брикетів становила $5,6\text{-}5,9 \text{ г/см}^3$ ($\Pi \sim 18 \text{ об.\%}$). Для виготовлення більш міцних брикетів використовували суміш того ж складу, але з добавкою 0,8 мас. % стеарату цинку, яку пресували при тисках 200 - 700 МПа. Допресовку отриманих брикетів проводили в тій же прес-формі. На рисунку 3.40 а приведена пористість брикетів однакової маси ($\sim 8,3 \text{ г}$) отриманих при різних тисках пресування із суміші складу (мас.%): (Fe - 95, Si - 5) - 100, + 0,8% стеарату цинку, а також пористість цих же брикетів після їх допресовки при одному тиску - 700 МПа.

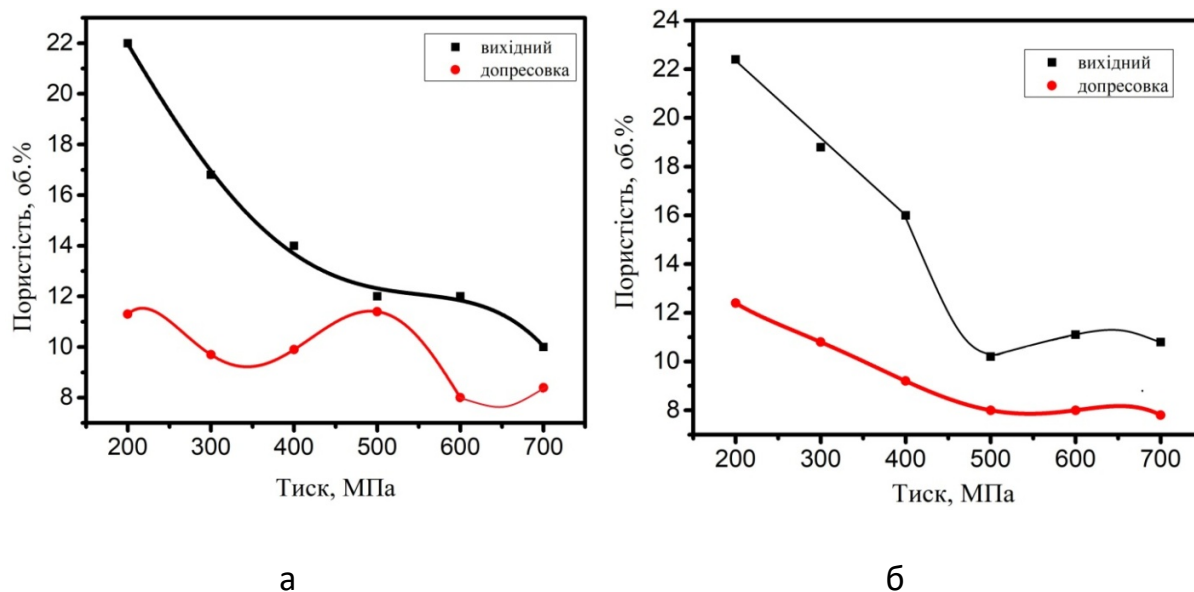


Рисунок 3.40 - Пористість брикетів із суміші складу (мас.%): (Fe - 95, Si - 5) -100 + 0,8% Zn стеар. в залежності від тиску пресування і їх пористість після допресовки при тиску 700 МПа: а - брикети рівної маси 8,3 г; б - брикети нерівній маси (7,4 - 8,7 г).

На рисунку 3.40 б представлена пористість брикетів, отриманих також при тиску 200 - 700 МПа з наважок з різної маси (г): 7,4; 7,7; 8,0; 8,3; 8,5; 8,7 відповідно; їх пресування приводили до отримання брикетів практично рівної висоти.

Представлені дані свідчать про те, що, допресування брикетів, спресованих при тиску 500 - 700 МПа, призводить до незначного підвищення їх щільності. Порівняно невеликі відмінності в масі брикетів практично не позначаються на пористості, що залежить від інших умов експерименту.

Після пресування брикети поступово нагрівали в водні при температурі 25 - 800 °С (~ 2,5 год) і подальшій допресовці піддавали відпалені брикети. В таблиці 3.7 наведені порівняльні дані щільності і

пористості брикетів, отриманих пресуванням досліджуваної суміші, яка не містить і містить стеарат цинку, і результати допресовки відпалений брикетів.

Таблиця 3.7 – Пористість і щільність брикетів із сумішей, що містять кремній, до та після їх відпалу і допресовки

Склад вихідної суміші, мас. %	Fe – 95, Si – 5	(Fe – 95, Si – 5) -100, 0,8 Zn стеар.
Пористість і щільність брикетів, отриманих при 700 МПа; %/г/см ³	<u>14,62</u> 5,98	<u>9,28</u> 6,11
Пористість і щільність брикетів після відпалу при 25-800 °С у водні; %/г/см ³	<u>15,19</u> 5,94	<u>13,48</u> 6,06
Пористість і щільність відпалених брикетів допресованих при 700 МПа; %/г/см ³	<u>9,91</u> 6,31	<u>8,77</u> 6,39

Наведені дані свідчать про незначний вплив стеарата цинку на підвищення ущільненості суміші, однак його введення збільшує щільність центральної частини і відповідно підвищує міцність сирих брикетів. Допресовка відпалених брикетів дозволяє істотно знизити їх пористість, що повинно було сприятливо відбитися на результатах їх подальшого спікання, яке проводили в вакуумі при температурі 1190 - 1300 °С у відкритих алундових тиглях з використанням для порівняння брикетів з порошку заліза, що не містять кремнію (табл. 3.8).

Наведені в таблиці 3.8 дані свідчать про те, що спікання у вакуумі призводить до суттєвого підвищення щільності брикетів, що містять кремній, при практичній незмінності щільності брикетів, що складаються

тільки з заліза. При цьому зовнішній вигляд - форма і шорсткість всіх спечених брикетів залишилися незмінними. Згідно з відомими даними щільність литого сплаву Fe - 5 мас. % Si становить $7,55 \text{ г / см}^3$. Таким чином, можна вважати, що при щільності спеченого Fe-Si брикету $\sim 7,3 \text{ г / см}^3$ його пористість становить менше 4 об. %.

Наведені дані свідчать про зменшення маси спечених брикетів, її втрата брикетами, що містять кремній вище, ніж брикетами без кремнію. Твердість брикетів, спечених з порошку заліза, настільки мала, що її не вдалося зафіксувати. Твердість допресованих Fe-Si після відпалу брикетів трохи вище, ніж недопресованих.

Таблиця 3.8 – Щільність і твердість зразків спечених в вакуумі протягом 1 години при температурах 1190 – 1300 °C

	1	2	3
Номер складу зразків, мас. %	Fe-100	Fe-95, Si-5	Fe-95, Si-5
Пористість і щільність вихідних брикетів; %/г/см ³	<u>22,35</u> 6,08	<u>15,19</u> 5,94	<u>8,77</u> 6,39
Спикання 1 годину при температурі 1250 °C			
Щільність; г/см ³	-	7,08	7,26
Твердість; HRB	-	89	95
Спикання 1 годину при температурі 1300 °C			
Щільність; г/см ³	6,14	7,15	7,32
Твердість; HRB	-	93	94
Зміна маси; мас.%	-0,3851	-0,5551	-0,6291

Продовження таблиці 3.8

Спiкання 1 годину при температурi 1190 °C			
Щiльнiсть; г/см ³	6,13	6,86	7,05
Твердiсть; HRB	-	83	89
Змiна маси; мас. %	-0,2907	-0,2377	-0,5227
Повторне спiкання тих же зразкiв при 1230 °C			
Щiльнiсть; г/см ³	6,16	7,14	7,25
Твердiсть; HRB	-	93	95
Змiна маси; мас. %	-0,0181	-0,1664	-0,1712
Сумарна змiна маси; мас. %	0,3038	0,4041	0,1939
Третє спiкання тих же зразкiв в вакуумi при 1300 °C			
Щiльнiсть i твердiсть зразкiв не змiнилися			

Примiтка: 1 - спресованi брикети, 2 - спресованi i вiдпаленi брикети, 3 - спресованi, вiдпаленi i допресованi брикети.

Наведенi результати свiдчать про те, що при температурi вище 1200 °C має місце високий прирiст щiльностi Fe-Si зразкiв, досягнення якого потребувало контрольнiй перевiрцi. Для її проведення пресували брикети при тиску 700 МПа з сумiшею складу (мас. %): 1) (Fe -95, Si-5) – 100+ 0,7 % Zn стеар.; 2) (Fe-94, Cu-1, Si-5) – 100+ 0,7 % Zn стеар.

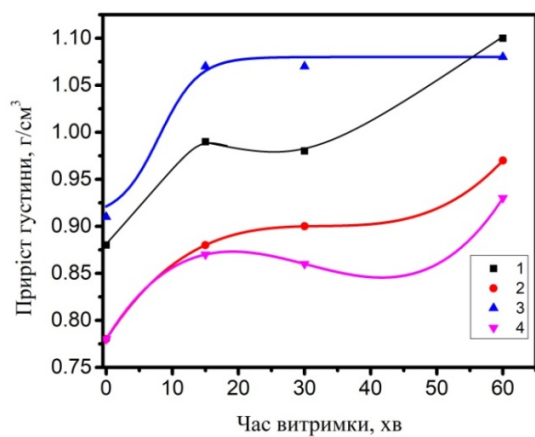
Отриманi брикети вiдпалювали в воднi при 25 - 850 ° C пiсля чого частину зразкiв пiддавали допресовцi при 700 МПа в тiй же прес-формi. В таблицi 3.9 приведена щiльнiсть i пористiсть вихiдних i вiдпалених брикетiв.

Пiсля цього брикети спiкали в вакуумi при 1300 °C протягом рiзного часу вiдлiчуваного пiсля досягнення зразками цiєї температур. На рисунку

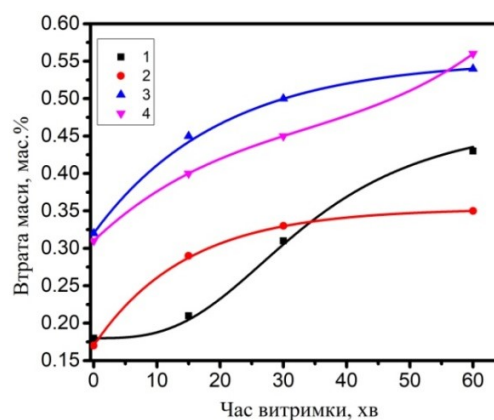
3.41 представлені значення приросту щільності, втрати маси брикетами при спіканні і їх твердість отримані при різній тривалості спікання.

Таблиця 3.9 – Щільність та пористість вихідних брикетів

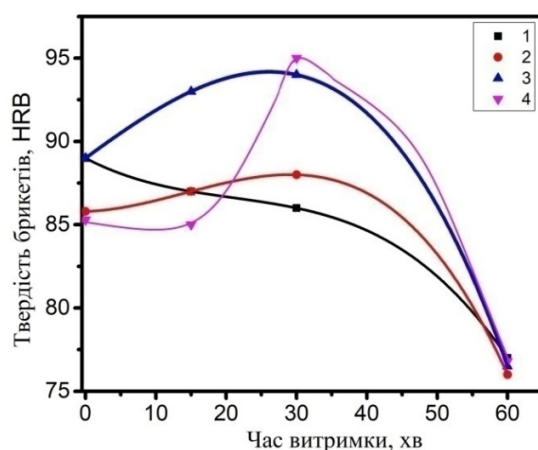
Номер вихідної суміші	1		2	
Склад вихідної суміші мас. %	(Fe-95, Si-5)- 100+0,7% Zn стеар.		(Fe-94, Cu-1, Si-5)- 100+0,7% Zn стеар.	
Склад брикетів	відпал	відпал + допресовка	відпал	відпал + допресовка
Номер серії	1	2	3	4
Щільність брикетів; г/см ³	6,09	6,32	6,08	6,33
Пористість брикетів; %	13,90	9,71	14,37	9,70



а



б

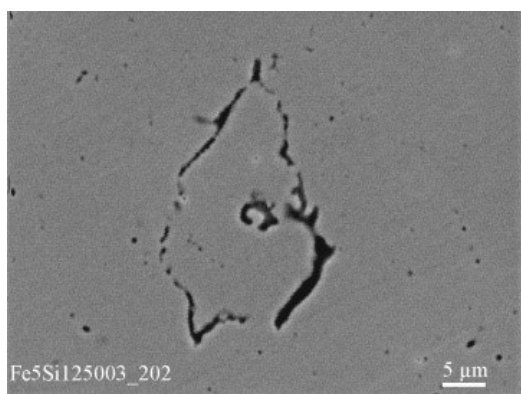


в

Рисунок 3.41 – Залежність приросту щільності (а), втрати маси (б) і твердості (в) брикетів 1, 2, 3 і 4 серій від кінетики процесу вакуумного спікання при температурі 1300 °С.

Наведені дані підтверджують відтворюваність активуючого впливу кремнію на спікання порошку заліза. Втрата маси брикетів зростає в часі і, ймовірно, не може бути результатом лише очищення заліза від домішок впровадження.

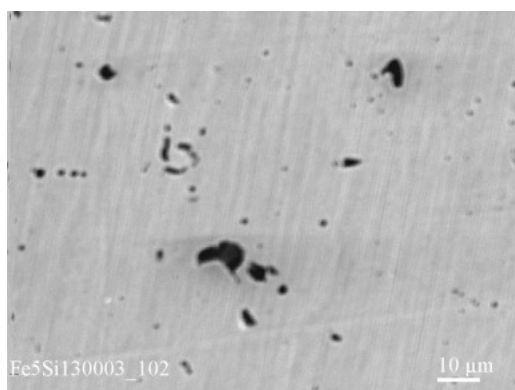
Представлені дані свідчать про те, що наявність кремнію в спеченому залізі істотно підвищує твердість останнього, що обумовлено утворенням в ньому твердого розчину кремнію. Можна вважати, що зниження твердості брикетів після 30 хв ізотермічної витримки обумовлено втратою ними кремнію за рахунок випаровування. На рисунку 3.42 представлена картина розподілу кремнію в об'ємі спечених зразків, одержаного за результатами їх рентгеноспектрального аналізу на аналізаторі Jeol-787.



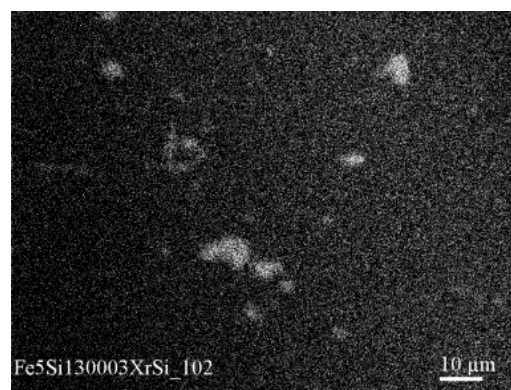
а



б



в



г

Рисунок 3.42 - Розподілення кремнію в брикетах, спечених при температурах 1250°C (а, б) і 1300 °C (в, г) протягом 1 години.

Мікрорентгеноспектральний аналіз спеченого брикету (рис. 3.42) свідчить про те, що розчинення частинок кремнію в залізі було неповним. Оскільки вибір використаного порошку кремнію мав випадковий характер, можна вважати, що застосування монодисперсні (без великих частинок) порошку кремнію може забезпечити його повне розчинення в залізі при спіканні. Не виключено, що деяке зниження твердості спечених зразків при збільшенні тривалості спікання обумовлено зниженням кількості

нерозчинених частинок кремнію, що підвищують твердість утворюється сплаву Fe-Si або зниженням вмісту кремнію через його випаровування із зразків.

Дослідження магнітних характеристик залежно від режимів пресування та спікання приведено на рисунку 3.43

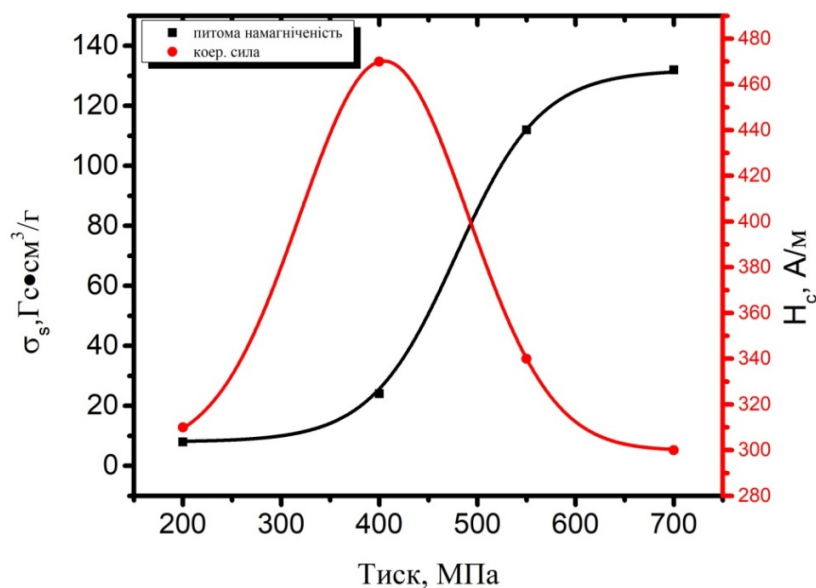


Рисунок 3.43 - Питома намагніченість насичення і коерцитивна сила спечених Fe-Si брикетів.

Наведені дані свідчать про закономірний вплив тиску пресування, який визначає пористість брикетів на ці характеристики. Аналогічно визначалися ці характеристики брикетів раніше спечених з порошку заліза і суміші Fe - Si; відповідно були отримані наступні їх значення, при спіканні 1 годину при 1250⁰С: Fe: 1,11 Тл, 400 А/м; Fe-Si: 1,13 Тл; 380 А/м, при спіканні 1 годину при 1300⁰С: Fe: 1,21 Тл; 320 А/м; Fe-Si: 1,3 Тл; 360 А/м. При порівнянні цих даних слід врахувати, що пористість спечених брикетів з порошку заліза становила не менше 20 об. %; пористість брикетів із суміші Fe-Si не перевищувала 5 об. %.

Спектральний аналіз поверхні брикетів, проведений за допомогою хімічного аналізатора «EXPERT 3L», показав, що вони містять таку кількість кремнію: спікання 1 годину при 1250⁰С: - Fe – 0,48; Fe-Si – 5,01 мас.%; спікання при 1300⁰С: - Fe – 2,1; Fe-Si – 4,84 мас. %.

Наведені дані свідчать про те, що брикети Fe-Si, що спікаються є генераторами парів кремнію, взаємодіючих з розташованими поруч брикетами з заліза, відповідно здійснювався парофазний транспорт кремнію.

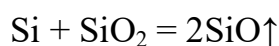
Контрольну перевірку проводили на зразках складу (мас.%): а) Fe - 100; б) Fe - 95, Si - 5; отриманих з брикетів, що піддавали пресуванню, відпалу і допресовці при 1000 і 700 МПа і подальшому спіканню при температурі 1300 ⁰С протягом 1 години (табл. 3.10).

Таблиця 3.10 – Щільність та магнітні характеристики зразків різного складу, спечених при температурі 1300 ⁰С, 1 годину.

Склад сирих брикетів	Fe - 100	Fe - 95, Si - 5
Щільність допресованих брикетів, г/см ³	7,39	6,35
Щільність спечених в вакуумі брикетів, г/см ³	7,53	7,36
Втрата брикетами ваги при спіканні, мас. %	0,5061	0,6958
Поверхневий вміст кремнію в зразках по даним спектрального аналізу, мас. %	0,28	4,84
Твердість, HRB	23	92
Питома намагніченість насичення, Гс·см ³ /Г	150	165
Коерцитивна сила, А/м	475	310

Ці дані підтвердили наявність перенесення кремнію з зразків сплаву Fe - Si на зразки заліза. Результати спікання свідчать про те, що максимальний приріст щільності пресовок з суміші Fe - 5% Si досягає $\sim 1 \text{ г/см}^3$, тобто має місце активація спікання заліза кремнієм. Абсолютний приріст щільності побічно свідчить про участь рідкої фази в процесі спікання. Отримані дані дозволяють орієнтовно намітити особливості механізму спікання ущільненої суміші Fe - Si, імовірно, цей процес включає наступні послідовні стадії:

1. Ювенілізація поверхні частинок кремнію реалізується за допомогою видалення бар'єрної плівки SiO_2 з їх поверхні в результаті протікання реакції її самовідновлення кремнієм по реакції:



з утворенням монооксиду кремнію, що має (порівняно з SiO_2) більш високий рівноважний тиск пари і, відповідно, випаровується з поверхні частинок і покидає об'єм пресовок. Природно, що спікання в вакуумі зрушує цю реакцію вправо. Ця реакція використовується практично і для отримання монооксиду кремнію.

2. Контактне плавлення, що протікає на кордоні контакту заліза і кремнію, тобто перетворення твердих контактів в рідкофазний. Незважаючи, на те, що відповідно до діаграми стану сплав заліза з 5 мас. % кремнію є твердим розчином до температури 1400°C , контактне плавлення в парі Fe -Si, згідно з наявними даними [290] є цілком імовірним. Згідно діаграмі стану Fe - Si, гарантованою умовою контактного плавлення є проведення спікання вище температури $1207 - 1212^\circ\text{C}$.

3. Більш щільне переукладання частинок заліза під впливом капілярних сил.

4. Ізотермична кристалізація розплаву в результаті дифузії кремнію в залізо з розплаву, що протікає швидко зважаючи на дуже високу швидкість дифузії кремнію в залізо.

Такий передбачуваний приховано рідиннофазний механізм спікання може бути ефективно реалізований тільки при протіканні вищевказаної реакції, що приводить до евакуації SiO_2 з об'єму пресовок.

Таким чином, приріст щільності при спіканні дорівнює $\sim 1 \text{ г/см}^3$, і його можна характеризувати як високий. Можна вважати, що проведені експерименти дозволяють реалізувати можливість проведення вакуумного спікання брикетів із сумішей порошку заліза з 2,5 - 4,5 мас. % Si для виготовлення міцних магнітно-м'яких виробів, що мають низьку пористість: вакуумне спікання слід проводити при температурі 1300 - 1370 °C відповідно до фазової діаграми рівноваги системи Fe - Si.

3.8 Процес ущільнення порошку заліза в умовах всебічного стискання в камері високого тиску

Досягнення високої щільності ансамблю металевих частинок за допомогою їх одностадійного пресування в тій чи іншій мірі вирішує завдання їх консолідації, частково, або іноді повністю, замінюючи процес спікання отриманого брикету. Реалізоване в роботі [14] холодне пресування порошку срібла, що приводить до отримання щільних брикетів, що мають міцність литого металу, мабуть, є винятком. Додаткове ущільнення сирих або спечених брикетів їх допресовкою, вільної осадкою або обома цими впливами в рамках одного навантаження давно досліджувалися і практично використовувалися як універсальна можливість досягнення ними високої щільності. Проте, вивчення процесів додаткового ущільнення порошку заліза і сумішей на його основі, для виявлення нових можливостей його практичного застосування залишається актуальною задачею досліджень.

Використовували порошок заліза марки ПЖРВ200.28 або (і) його суміші з порошком графіту марки ГС-4. Їх пресували в сталевий роз'ємний прес-формі з робочим діаметром 10 мм при тиску 700 МПа з отриманням брикетів циліндричної форми. Частину отриманих брикетів для зняття наклепу відпалювали в водні при 800 °С протягом 1 години. Отримані (невідпалені і відпалені) брикети доущільнювали із застосуванням двох відомих методик: а) допресовка брикетів в камері високого тиску - КВТ типу «сочевиця», б) вільної осадки брикетів між двома твердими пластинами уздовж або поперек напрямку їх пресування [291].

Для допресовці в КВТ наважку порошку заліза підбирали таким чином, щоб висота отриманого з нього брикету була або дорівнювала висоті контейнера ~ 14 мм або перевищувала її не більше ніж на 1 мм. Діаметр отвору каналів контейнерів КВТ становив ~ 10 мм. Брикет діаметром 10 мм розміщувався в контейнері з мінімальними зазорами. Процес допресовки проводився в два безперервних етапи: підйом зусилля преса до 2500 кН за 15 с. і витримкою в КВТ під тиском 60 с.

Встановлено, що після допресовки вихідні висота і діаметр (14,0 і 10,0 мм) брикетів змінилися (12,0-12,5 і 11,5-11,7 мм). На рис. 3.43 представлені характерний зовнішній вигляд і поздовжній перетин брикетів, отриманих відпалом і допресовкою в КВТ.



Рисунок 3.44 - Зовнішній вигляд і поздовжній перетин брикетів, отриманих відпалом і допресовкою в КВТ

На рисунку 3.44 показана пористість вихідних брикетів, отриманих при різних тисках пресування, і їх щільність після допресовки в КВТ.

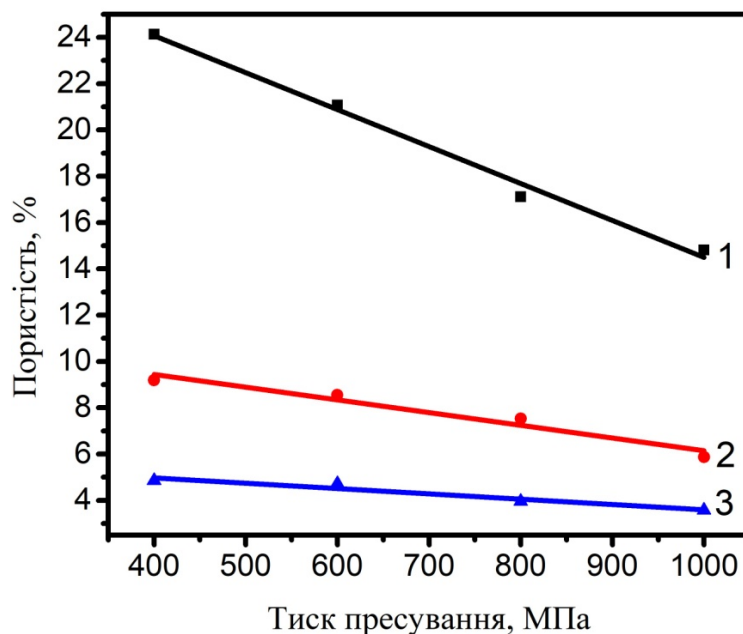
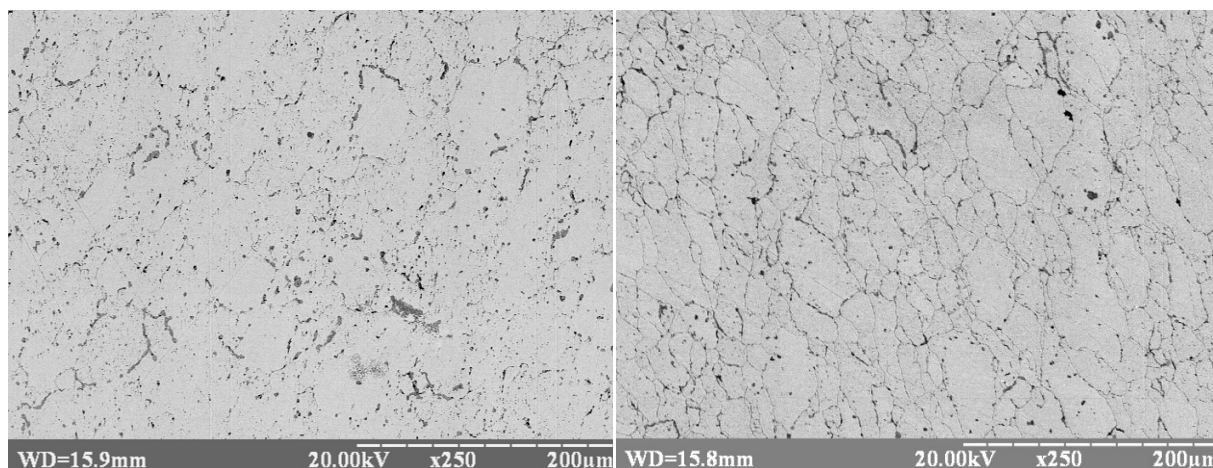


Рисунок 3.44 - Залежність пористості брикетів з порошку заліза від тиску пресування: в сталевий прес-формі (1), допресовки їх в КВТ без відпалу (2) і їх допресовки в КВТ після відпалу (3)

Встановлено (рис. 3.44), що схильність невідпалених брикетів до розшарування при допресовці в КВТ знижується при зниженні їх вихідної (до допресовки) пористості; кількість брикетів (з трьох), що зазнали розшарування дорівнює 3, 2, 0, 1 відповідно. Відпал брикетів до допресовки в КВТ усував їх розшарування повністю. Представлені на рисунку 3.44 дані показують, що відпал брикетів дещо знизив їх пористість при допресовці порівняно з невідпаленими, що добре кореспондує з тією обставиною, що відпал брикетів повністю придушив їх розшарування. Мікроструктура пресовок після КВТ відрізняється залежно від зон деформації. Так, центральна частина пресовки характеризується

ізотропною структурою зерен, що обумовлено всебічним стисненням пресовки в умовах квазіізостатичного ущільнення (рис. 3.45 а). Периферійна зона характеризується анізотропною структурою, що пов'язано з радіальним переміщенням краю пресовки в процесі ущільнення (рис. 3.45 б).



а

б

Рисунок 3.45 – Мікроструктура відпалених пресовок на основі заліза після ущільнення в КВТ при 2500 кН: а – центральна зона, б – периферійна зона

3.9 Висновки

1. Досліджено процес допресування порошкових систем в умовах статичного пресування та виявлено основні фактори, що впливають на ефективність процесу ущільнення пресовок.

2. Встановлено, що допресовка сумішей залізо – графіт призводить до підвищення міцності пресовок в 5 разів, що обумовлено як підвищенням щільності так і зростанням площі контактів залізо – залізо.

3. Запропонована альтернативна методика визначення ущільненості, що дозволяє виявити повний резерв ущільненості порошкових систем. Дана методика наближена до реальних умов пресування та може бути необхідною при розробці промислових процесів пресування порошків.

4. Виявлено можливість виготовлення довгомірних заготовок методом статичного пресування та допресування порошкових сумішей із крихких та пластичних матеріалів, в тому числі твердих сплавів ВК та КХН.

5. Досліджено процес допресування порошку заліза в умовах всебічного стискання в камері високого тиску та встановлено, що ущільнення пресовки залежить від внутрішнього тертя частинок та величини зусилля у осьовому та радіальному напрямку, що визначає відмінність структури на периферії та центральній частині пресовки.

6. На підставі встановлених закономірностей показано ефективність застосування допресування для створення порошкових магнітно-м'яких матеріалів на основі заліза з високим вмістом кремнію.

РОЗДІЛ 4

ІНТЕНСИФІКАЦІЯ ПРОЦЕСІВ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ В УМОВАХ ЗСУВНИХ ДЕФОРМАЦІЙ

Особливістю порошкових матеріалів в процесі пластичної деформації є те, що через наявну пористість, вони змінюються не тільки по формі але і по об'єму. При цьому вплив пористості на характеристики пружних і пластичних властивостей порошкових матеріалів досі залишається не розкритим. Однією з найбільш цікавих схем деформації порошкових об'єктів, при якій реалізуються водночас нормальні деформації і деформації зсуву є вільна осадка. Саме при такому виді деформації, де порошковий об'єкт не обмежений стінками прес-інструменту, можливо досягати високого ступеню деформації до 80-90 % без руйнування заготовки. В зв'язку з цим, разом із звичайними для компактних матеріалів умовами деформації металу, що визначаються наявністю вільної поверхні в заготовці, пористі матеріали можуть деформуватися у зачинених об'ємах, коли нормальні навантаження по всій поверхні тіла є стискаючими. При цьому, найбільш інтенсивно закриття пор відбувається як раз при зсувних деформаціях, тобто при переміщенні заготовки в радіальному напрямку. З іншого боку пористість може перешкоджати процесам пластичної деформації матеріалу, що викликає появу тріщин, через зменшення бокової деформації зразків і зниження розтягуючих напружень.

4.1 Процес ущільнення порошку заліза в умовах вільного осадження

Доущільнення пресовок вільної осадкою проводили наступним чином. Невідпалені і відпалені брикети поміщали між двома сталевими

загартованими пластинами і піддавали здавлюванню при зусиллі 10-200 кН, яке прикладалося як уздовж (схема 1 (рис. 4.1 а)), так і перпендикулярно осі пресування брикетів (схема 2 (рис. 4.1 б)).

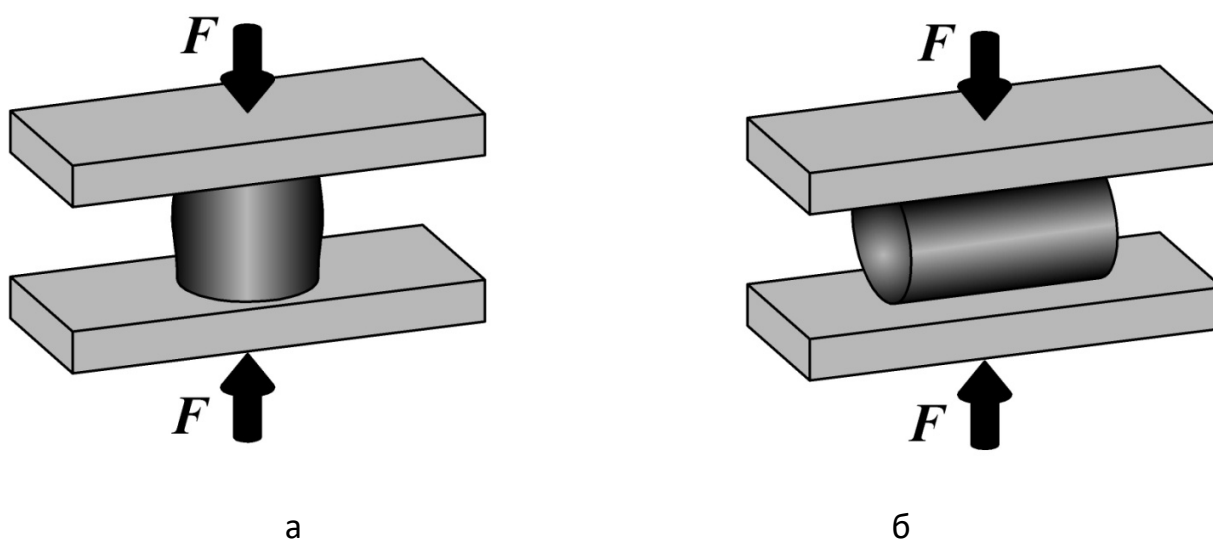


Рисунок 4.1 – Схеми вільного осадження пресовок на основі заліза: а – уздовж напрямку пресування, б – перпендикулярно осі пресування

Встановлено, що невідпалені брикети з заліза піддаються осадженню по схемі 1 з крихким руйнуванням периферійної частини. Навпаки, відпалені брикети деформуються пластично з закономірним зниженням висоти і збільшенням діаметра, тобто з протіканням пластичної течії матеріалу пресовки, тому всі наступні експерименти проводили на відпалених брикетах.

Була проведено як одноразове осадження відпалених брикетів в напрямку перпендикулярному осі пресування, так і дворазове - з поворотом на 90^0 (з утворенням практично квадратного перетину). На рисунку 4.2

приведена пористість і перетин брикетів, підданих осадженню з поворотом при різних зусиллях.

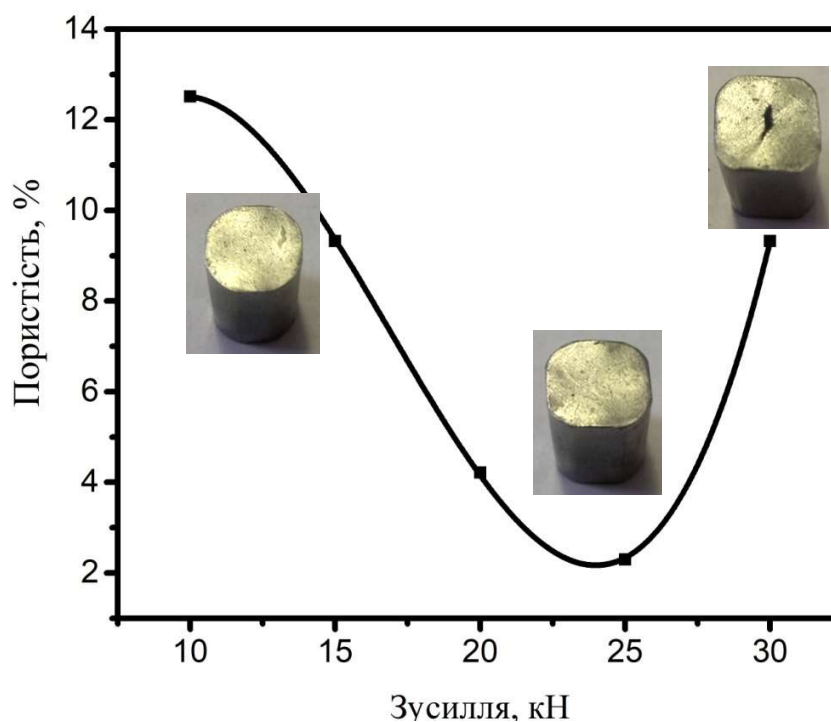


Рисунок 4.2 - Пористість брикетів з порошку заліза в залежності від зусилля вільного осадження у напрямку перпендикулярному осі пресування

Встановлено (рис. 4.2), що мінімум пористості (2-3%) брикети досягають вже при зусиллі 20 - 25 кН; збільшення зусилля осадки до 30 кН і вище призводить до утворення в брикетах наскрізної осьової порожнини.

На рисунку 4.3 представлена залежність пористості брикетів від зусилля осадження у напрямку вздовж осі пресування. Допресовці піддавали як чисті, так і покриті шаром парафіну брикети.

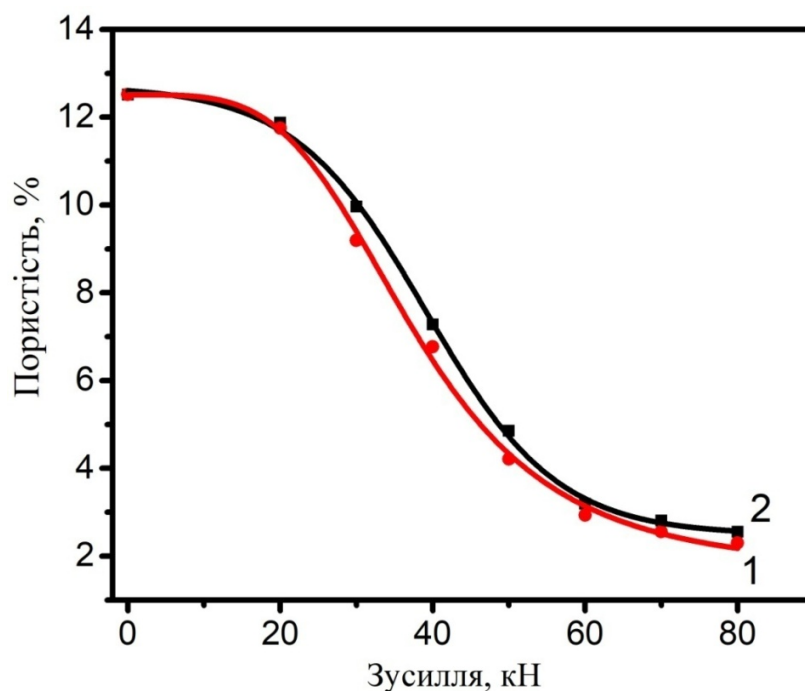


Рисунок 4.3 - Пористість брикетів з порошку заліза в залежності від зусилля вільного осадження у напрямку вздовж осі пресування: 1 - з мастилом, 2 - без змащення

Встановлено, що зниження пористості відбувається при більш високих зусиллях, порівняно з попередньою схемою осадження, і мінімум пористості досягається при значеннях зусилля 60-70 кН. Дана обставина може бути пов'язано з різною орієнтацією деформованих частинок заліза у вихідних брикетах. Невеликі зусилля в напрямку пресування не призводять до додаткової деформації брикетів; зниження пористості починається при більш високих навантаженнях.

Встановлено практична відсутність відмінності в значеннях пористості брикетів підданих осадці як з мастилом (парафін), так і без змащення. Однак наявність мастила зробило помітний вплив на співвідношенні D/H, яке визначає ступінь деформації зразків (рис. 4.4).

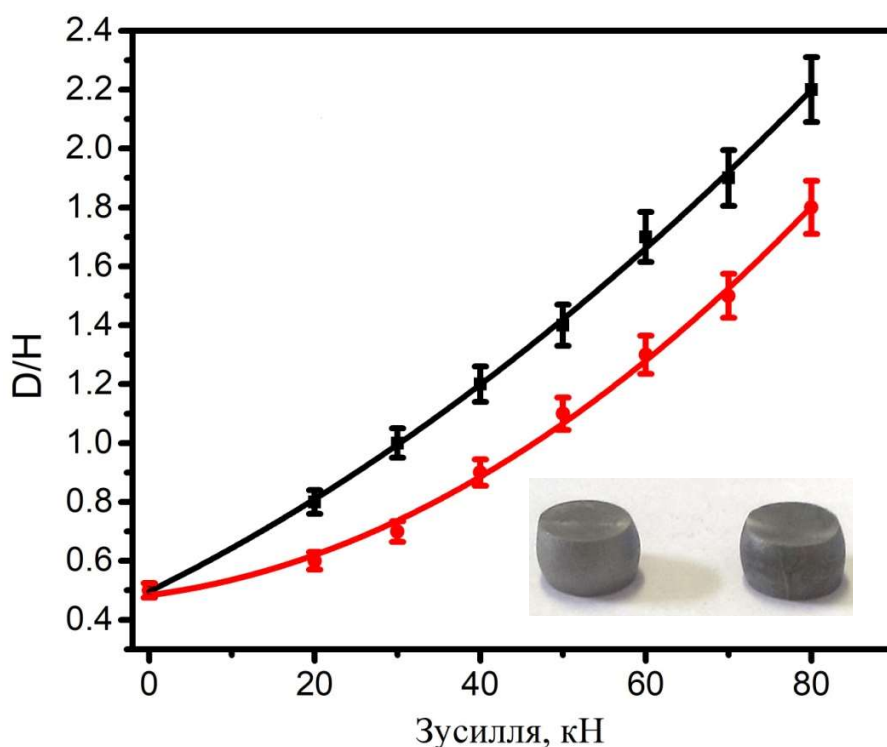
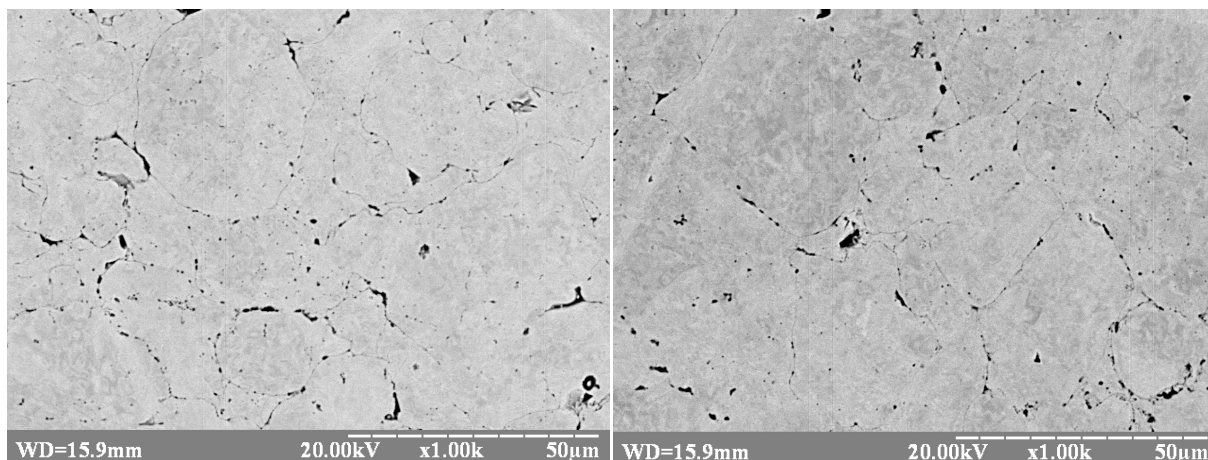


Рисунок 4.4 - Залежність D/H від зусилля осадження у напрямку вздовж осі пресування: 1 - без змащення, 2 - зі змазкою

Зміна форми зовнішнього контуру відповідає неоднорідній деформації внутрішніх зон елементів пресовки. При цьому, найбільш інтенсивно деформується середня частина пресовки, зони прилеглі до торців заготовки, деформуються несуттєво, що пояснюється впливом сил тертя на контактних поверхнях. Тому зразки, змащені з торців парафіном, мають менше значення D/H , тобто має місце полегшена течія матеріалу по поверхнях пластин.

Як впливає з результатів металографічного аналізу, суттєвої різниці в щільності брикетів допресованих за різними схемами практично не спостерігається; в обох випадках відбувається інтенсивна пластична течія матеріалу із затіканням зерен в пори (рис. 4.5).



а

б

Рисунок 4.5 - Структура перша схема (а) друга схема (б) осадження зразків на основі заліза.

Дослідження коерцитивної сили пресовок після осадки за різними схемами, показало, що в обох випадках із збільшенням ступеня деформації спостерігається зростання коерцитивної сили, яка є структурно-чутливою характеристикою і залежить від напруженого стану матеріалу (рис. 4.6). Величини коерцитивної сили підтвердили відмінність процесу деформації залежно від попереднього напрямку пресування. Так, за першою схемою спостерігається монотонна залежність із зростанням коерцитивної сили до 800 А/м практично до 200 кН. У випадку другої схеми коерцитивна сила починає збільшуватися до значень 600 – 650 А/м вже при 20 – 25 кН, що відповідає максимальній деформації при якій не відбувається руйнування пресовок (рис. 4.2).

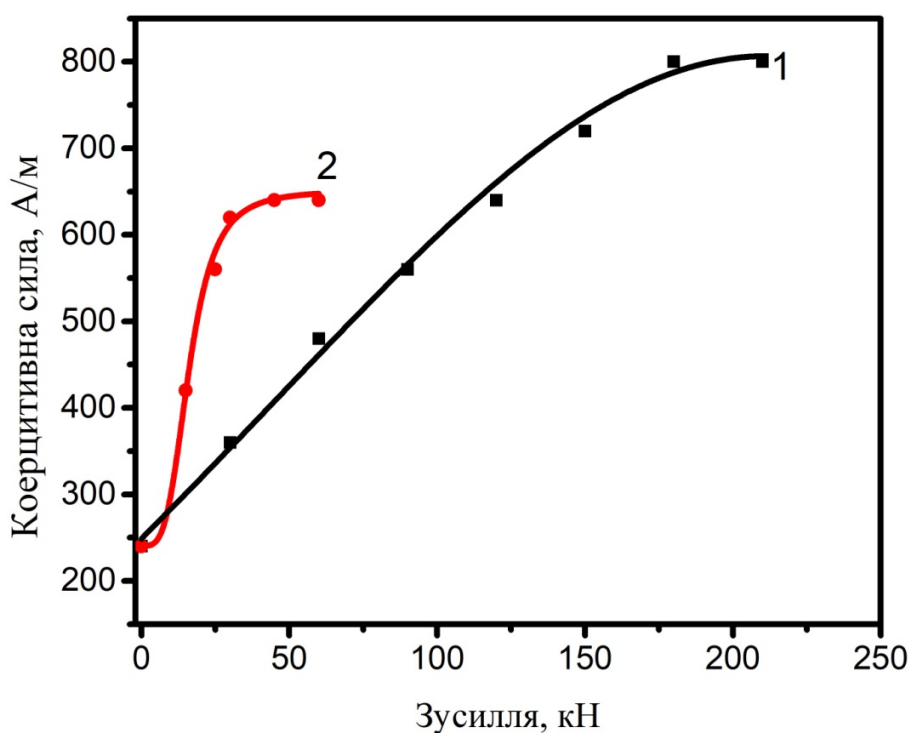


Рисунок 4.6 – Залежність коерцитивної сили пресовок на основі заліза від зусилля вільного осадження: 1 – за першою схемою, 2 – за другою схемою

Оскільки в описаних експериментах порошок заліза без добавок був використаний як модельний порошковий матеріал, подальші експерименти проводили з порошковими об'єктами, що представляють більший практичний інтерес. Так, для визначення впливу графіту на процеси пресування і вільної осадки, отримували брикети з сумішей залізо - графіт з різним вмістом останнього.

На рисунку 4.7 представлені значення пористості відпалених залізних пресовок з різним вмістом графіту, отриманих пресуванням при 700 МПа їх відпалом і доущільнені вільним осадженням за другою схемою (уздовж осі пресування) при зусиллі 200 кН.

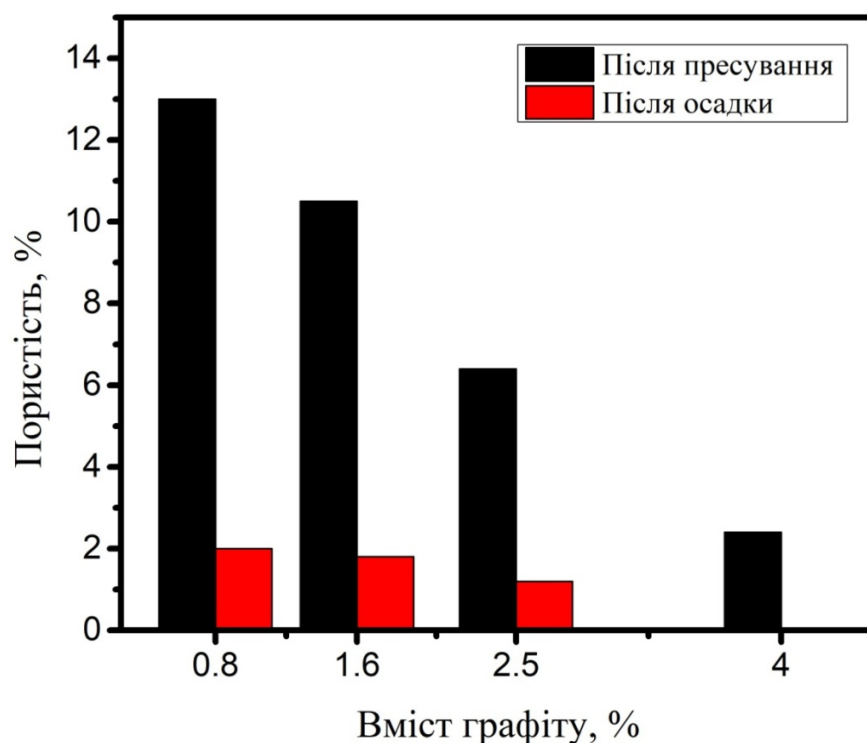


Рисунок 4.7 - Пористість залізографітових брикетів після пресування і вільного осадження при зусиллі 200 кН в залежності від вмісту в них графіту

Як впливає з представлених даних, збільшення кількості графіту від 0,8 до 4,0% призводить до зниження пористості брикетів, що пояснюється змащувальними властивостями графіту і, відповідно, зниженням міжчастинкового тертя. При вільній осадці пресовок їх пористість знижується зі збереженням аналогічної залежності - зі збільшенням кількості графіту відбувається зниження пористості (до 1-2%). Неповнота представлених даних зумовлена руйнуванням при осіданні брикетів, що містять 4% графіту.

Причиною цього, мабуть, може бути зменшення пластичності матеріалу через порівняно низьку деформуємість прошарків з частинок

графіту, кількість якого в останньому складі близько $\sim 12,5$ об. %. Так само як і брикети з порошку заліза (рис. 4.4) залізографітові брикети, піддані вільному осадженню, мають овалізовані краї через нерівномірні деформації серединного і периферійних шарів. Порівняння габітусів брикетів, підданих вільному осадженню в напрямку первинного пресування і брикетів, допресованих в КВТ свідчить про наявність загальної характерної ознаки - випинання їх серединної частини. Ця особливість призводить до природного припущення про доцільність виготовлення пресуванням тришарових брикетів, що мають серединний шар складу, відмінного від складу периферійних шарів.

Ущільнююча вільна осадка може дозволити виготовляти заготовки плоских виробів з овалізованими закругленими краями, близькими за формою і розміром до клину - трикутної ріжучої кромки. Для підтвердження цього припущення було оцінено деформованість при вільному осадженні тришарового матеріалу, що містять різну кількість графіту. Виготовлені брикети містили три горизонтальних залізографітових шари завтовшки ~ 1 мм: середній шар з вмістом графіту 1,6%, а периферійні шари - з 0,4% графіту (рис. 4.8).

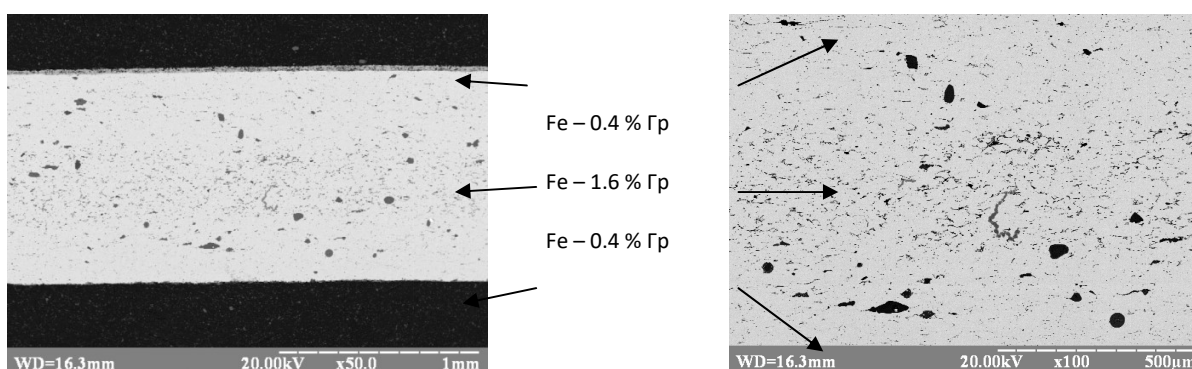


Рисунок 4.8 - Структура тришарового залізо – графітового брикету після його осадки

Зразки із закругленими краями виготовлені одночасним пресуванням шарів при 700 МПа, відпалом та вільної осадкою при зусиллі 200 кН.

Частина брикетів після осідки спікали при 1100 °С протягом 1 години і проводили гартування в воду з 800 °С. Структура серединної частини осаджені спечених і осаджені спечених і загартованих залізографітових зразків представлена на рисунку 4.9.

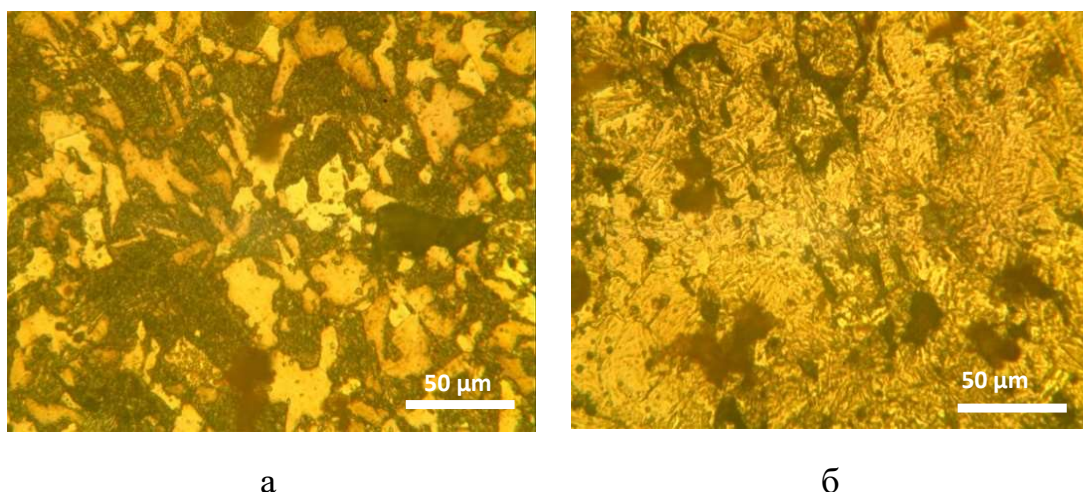


Рисунок 4.9 - Макроструктура серединної частини тришарових брикетів, підданих вільному осадженню: а - після спікання, б - після спікання і загартування

Середня частина шаруватого матеріалу після гартування складається з мартенситу і залишкового аустеніту, що відповідає структурі метастабільної TRIP сталі (ПНП стали) з високою пластичністю, які використовуються для виготовлення високонавантажених конструкційних матеріалів [292].

Визначення мікротвердості підданих осадці спечених незагартованих і загартованих тришарових брикетів, показало екстремальний характер зміни мікротвердості при переході від одного шару до іншого (рис. 4.10). Максимальні значення мікротвердості складає $\sim 3,1 - 3,2$ ГПа, мікротвердість зовнішніх шарів дорівнює ~ 1 ГПа.

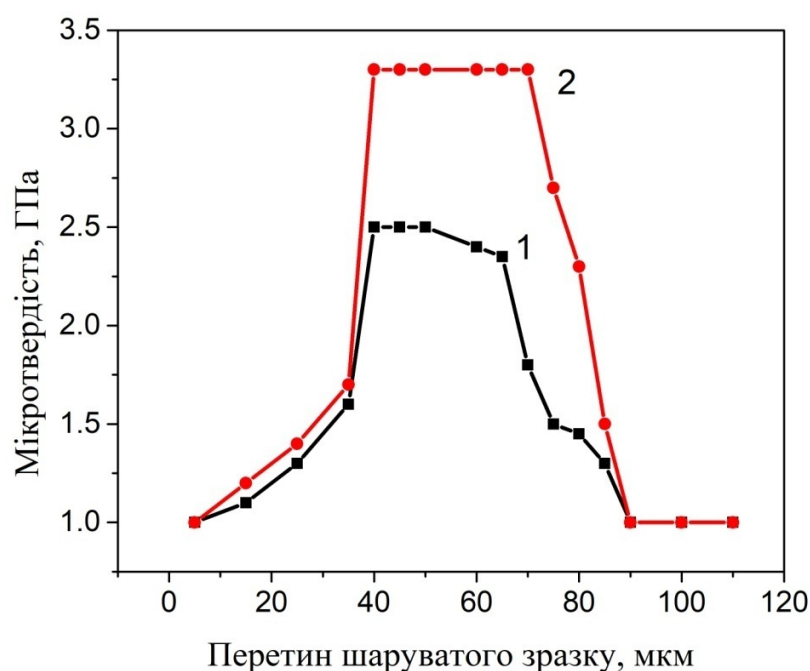


Рисунок 4.10 - Мікротвердість тришарових зразків отриманих вільним осадженням: 1 після спікання, 2 - після спікання і загартування

Проведені дослідження показали неефективність використання одноразового відпалу циліндричних брикетів до їх вільної осадки у напрямках перпендикулярних тиску пресування - одержувані брикети містять порожнину (рис. 4.2). Навпаки, при вільному осадженні брикетів в напрямку їх первинного пресування їх одноразовий відпал цілком ефективний і може бути практично використаний при отриманні плоских тришарових деталей з внутрішнім твердим шаром, тобто деталей здатних до самозагострюванню в умовах абразивного зносу. Основні передбачувані труднощі в цьому випадку є рівнотовщинне розміщення порошкових шарів.

Порівняння пористості відпалених брикетів доущільнених вільним осадженням в напрямку їх первинного пресування і пористості відпалених брикетів доущільнених в КВТ, свідчить про те, що вільне осадження є більш ефективним способом зниження пористості. Проте, це порівняння

передбачає можливість використання гібридних схем ущільнення - доущільнення брикетів. Доцільність практичного використання таких схем природно випливає з відмінностей пластичної деформації центральної та периферійної частин брикетів, що піддаються вільному осадженню. Допресовка в КВТ, фактично є аналогом вільного осадження брикету з зовнішньої подвійною кільцевою підтримкою (керамічний контейнер - пластмасове кільце). Така кільцева підтримка може регулювати процес вільної осадки, тобто впливати на допресовку, що може бути важливим, перш за все, для збереження цілісності периферійної частини пресовки.

4.2 Вплив технологічних параметрів на процес вільного осадження порошкових матеріалів на основі залізу

Ефективність процесу деформації порошкових матеріалів істотно залежить від точності вибору геометрії і пористості вихідної заготовки, а також схеми деформації, які повинні забезпечувати при обробці тиском пластичне формозмінення і ущільнення зразка без руйнування. Зрозуміло, що одними із найбільш перспективних технологій, які забезпечують отримання порошкових заготовок із високою щільністю є високоенергетичні термдеформаційні методи до яких відносяться динамічне гаряче пресування, гаряча штамповка та гаряче ізостатичне пресування. Проте, холодна вільна осадка порошкових заготовок забезпечує, при відносно невеликих зусиллях, зниження пористості до 2–4 % [293–296], що пояснюється найбільш інтенсивним закриттям пор, яке ефективно відбувається саме при зсувних деформаціях.

Не дивлячись на безперечні переваги методу вільного осадження (відсутність у потребі спеціальної прес-оснастки, можливість використання стандартного пресового обладнання та створення великих зсувних деформацій) він практично не застосовується для виготовлення щільних

порошкових матеріалів, конструкційного призначення з високими функціональними властивостями. Обмеження застосування методу обумовлено відсутністю рекомендацій стосовно впливу технологічних режимів процесу вільної осадки порошкових матеріалів на основі залізу на їх властивості.

Для проведення досліджень використовували залізний порошок марки ПЖРВ 200.28 та його суміш із порошком графіту марки ГС-4 (1,6 %). Проводили попереднє пресування брикетів висотою 16–18 мм складу (мас. %): а) Fe–100; б) Fe–98,4, графіт–1,6 при тиску 700 МПа у нероз'ємній прес-формі діаметром 12 мм, після чого проводили відпал у середовищі водню при температурі 800 °С для зняття деформаційного зміцнення після пресування. Вихідна пористість пресовок складала 12–13 % для залізу та 7–8 % для суміші залізу з добавкою графіту (1,6 %).

Вільне осадження відпалених брикетів проводили на гідравлічному пресі між двома сталевими пластинами вздовж напрямку пресування при зусиллі 50–250 кН (рис. 4.11).

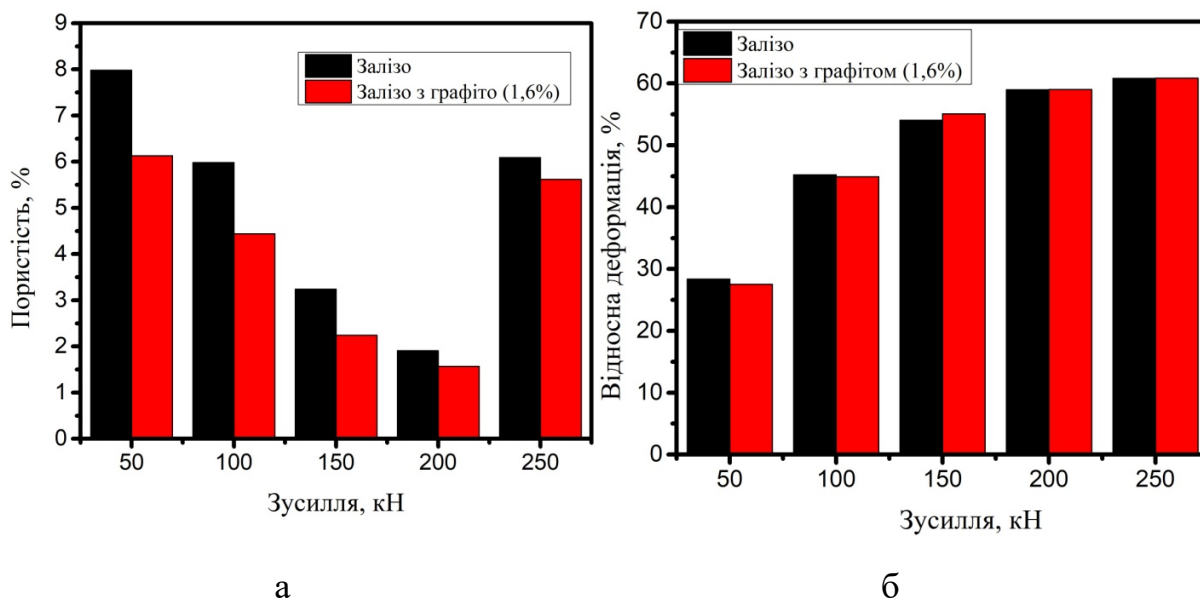


Рисунок 4.11 - Пористість (а) та відносна деформація зразків (б) в залежності від зусилля вільного осадження при температурі 20 °С

На першому етапі проводили осадку при кімнатній температурі та визначали пористість брикетів методом гідростатичного зважування та відносну деформацію зразків, яку визначали за відношенням різниці висоти пресовки до осадки та після до вихідної висоти.

Встановлено, що вільне осадження зразків при зусиллях 150–200 кН дозволяє отримати заготовки з залишковою пористістю в межах 1,5–3 % (рис. 4.11 а). Подальше збільшення зусилля осадки до 250 кН приводить до формального зростання пористості, що пов'язано з появою тріщин по периферії зразків. Незначна залишкова пористість після вільної осадки підтверджується також металографічним аналізом (рис. 4.12). Мікроструктура зразків показує суттєву деформацію зерен у напрямку перпендикулярному прикладеному зусиллю осадження. Слід зазначити, що добавка графіту (1,6 %) принципово не впливає на пористість зразків, що піддавали осадці, що може бути обумовлено наступним. Графіт сприяє кращому ущільненню порошків залізу в умовах статичного пресування за рахунок змащуючих властивостей. Проте, в процесі спікання, вуглець частково розчиняється в залізі, підвищує його міцність і, відповідно, збільшує опір спеченого брикету деформації при осадженні.

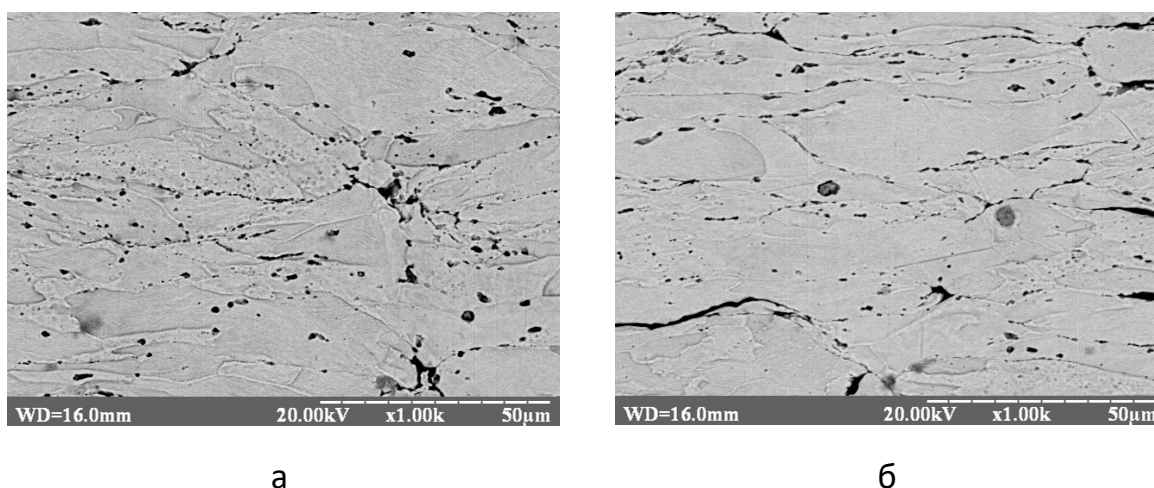


Рисунок 4.12 - Мікроструктура зразків підданих вільному осадженню при зусиллі 200 кН при температурі 20 °С: а – Fe, б) Fe+1,6 графіту.

Досліджували вільне осадження при різних температурах при одному зусиллі 200 кН. При виборі температур осадження було враховано, що нагрів зразків на основі залізу до температури 800 °С збільшує пластичність матеріалу і, навпаки, охолодження у рідкому азоті (– 196°С) знижує пластичність матеріалів з ОЦК-граткою [297]. Тому було проведено порівняльний експеримент де частина брикетів була охолоджена у рідкому азоті. Другу частину брикетів нагрівали на повітрі у засипці із терморозширеного графіту при 800 °С протягом 15 хвилин. Зрозуміло, що при розміщенні зразків між пластинами, температура першої частини брикетів частково підвищувалась, а другої – знижувалась.

На рисунку 4.13 показано пористість та відносна деформація порошкових брикетів при різних температурах вільного осадкиження при зусиллі 200 кН.

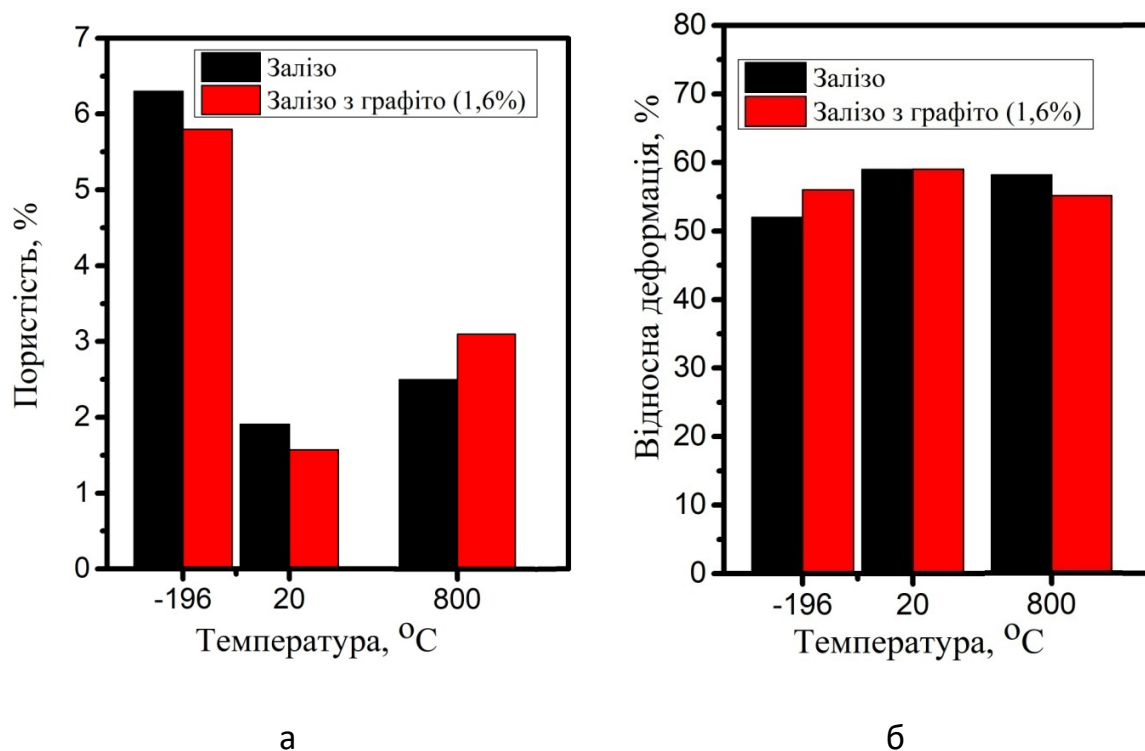


Рисунок 4.13 - Пористість (а) та відносна деформація (б) зразків при зусиллі вільного осадження 200 кН при температурах – 196, 20, та 800 °С.

Результати цих експериментів показали, що при однаковому зусиллі осадки відмінність пористості обумовлено зміною пластичності зразків і, відповідно, різним ступенем деформації, що залежать від температури. Так, найменша пористість (1,5–2 %) спостерігається для зразків підданих осадці при кімнатній температурі, висока пластичність яких обумовлена попереднім відпалом. Нагрів зразків до 800 °С апіорно повинен був забезпечити меншу пористість через більш високу пластичність за рахунок нагріву. Проте, як показали результати досліджень, залишкова пористість зразків складає 2–3 %, тобто залишається на рівні зразків підданих осадці при кімнатній температурі (рис. 4.13 а). Це може бути пояснено тим, що брикети нагрівали у засипці із терморозширеного графіту у графітовому тиглі (для запобігання від окиснення), через що відбулося додаткове науглецювання залізних пресовок з утворенням цементиту (рис. 4.14) і збільшення гарячої міцності розчину Fe–C, що перешкоджає осадці брикетів.

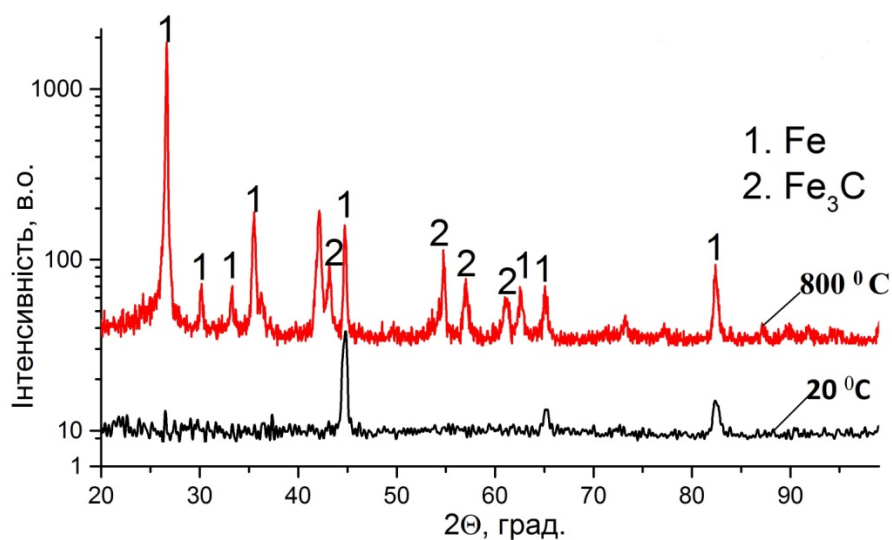


Рисунок 4.14 - Спектри рентгенівської дифракції сплаву Fe–C (1,6 %) після осадження зразків при 200 кН за різних температур та охолодження до кімнатної температури

Результати наведені на рисунку 4.14 показали, що в процесі відпалу пресовок у водні навуглецювання залізу графітом, що міститься у брикетах, несуттєво (нижній спектр). Навпаки, для тих же брикетів відбувається інтенсивне навуглецювання при нагріві на повітрі у терморозширеному графіті і вміст Fe_3C в них значно вище (верхній спектр). Ця розбіжність обумовлено тим, що навуглецювання проходить за рахунок реакції диспропорціювання молекул CO на поверхні залізу. Парціальний тиск CO в першому випадку (відпал у водні) є несуттєвим і швидкість транспортування вуглецю до залізу, відповідно, сповільнено.

Пористість зразків після вільної осадки при низьких температурах складає 5–7 %, тобто охолодження у рідкому азоті знизило пластичність та привело до зменшення деформації зразків (рис. 4.13 б). При цьому більший ступінь деформації спостерігався для зразків, що містять графіт, який виконує роль мастила і сприяє проковзуванню залізних зерен в умовах деформації при вільній осадці.

ДюрOMETричні дослідження матеріалів, що піддавалися вільному осадженню, також показали відмінність за характеристиками в залежності від температури (табл. 4.1).

Таблиця 4.1 – Твердість зразків при різних температурах осадження

Стан	Без осадження	Після осадження		
Температура, °C	20°C	20°C	800°C	-196°C
Склад	Твердість, HRB			
Fe	23	94	92	68
Fe+1,6% графіту	20	90	90	73

Встановлено, що найбільшу твердість мають зразки отримані після осадження при кімнатній температурі 90–94 HRB, близькими до них по значенню твердості є зразки отримані при нагріві 800 °С: 90–92 HRB (табл. 4.1). Вплив пористості на твердість матеріалів проявився для зразків, що піддавалися осадці після охолодження у рідкому азоті. Збільшення пористості до 5–7 % привело до зниження твердості зразків до 68–73 HRB.

Мікротвердість матеріалів приведена в таблиці 4.2, показало, що мікротвердість знаходиться в діапазоні 8,5–11,3 ГПа, тобто вільне осадження при всіх температурних режимах збільшує інтегральну мікротвердість фазових складових в 4–5 разів відносно вихідної мікротвердості матеріалу на основі залізу.

Таблиця 4.2 – Мікротвердість зразків при різних температурах осадження

Стан	Без осадження	Після осадження		
Температура, °С	20°С	20°С	800°С	-196°С
Склад	Мікротвердість, ГПа			
Fe	1,5	7,5	9,2	10,9
Fe+1,6% графіту	1,7	8,1	10,5	11,3

Імовірно, таке суттєве збільшення мікротвердості може бути пов'язано із зміною напруженого стану матеріалу в результаті вільного осадження. Визначення залишкових напружень методом $\sin^2\psi$ за допомогою рентгеноструктурного аналізу проведено на рентгенівському дифрактометрі "Rigaku Ultima IV". Встановлено, що при осадженні зразків при температурі 20 °С значення залишкових стискаючих напружень складає –1356 (± 281) МПа, а при температурі 800 °С відбувається

збільшення стискаючих залишкових напружень в три рази: $-3696 (\pm 883)$ МПа.

Результати проведених досліджень показали перспективність процесу вільного осадження для отримання високощільних заготовок з високою твердістю. Одним з недоліків способу є значна зміна геометричних параметрів та розтріскування периферійної частини зразків при великих зусиллях, що приводить до формального зростання пористості (рис. 4.11 а) та практично знижує вихід годного порошкового матеріалу. Для подолання цього недоліку була використана трубна обичайка з низьковуглецевої сталі, яка є аналогом контейнеру, що використовується при синтезі алмазів у КВТ. В обичайку розміщали відпалений зразок висотою 16–18 мм (відповідає висоті обичайці) і внутрішнім діаметром близько 30 мм. На рисунку 4.15 приведено фотографії зборок брикет – обичайка до- та після їх осадки, яка перетворює вихідну зборку в шайбу із закругленими кромками.



Рисунок 4.15 - Зразки на основі залізу з добавкою графіту 1,6 % в обичайці (вихідні та після осадки при зусиллі 600 кН)

Пористість брикетів, що піддавали осадженню в обичайці, визначали шляхом окремого зважування брикету та беспористої обичайки. Після осадження, отриману шайбу повторно зважували, обміряли та розраховували загальний об'єм із якого віднімали об'єм обичайки для

визначення об'єму брикету та, відповідно, його пористості. Отримані значення пористості та відносної деформації представлені на рисунку 4.16.

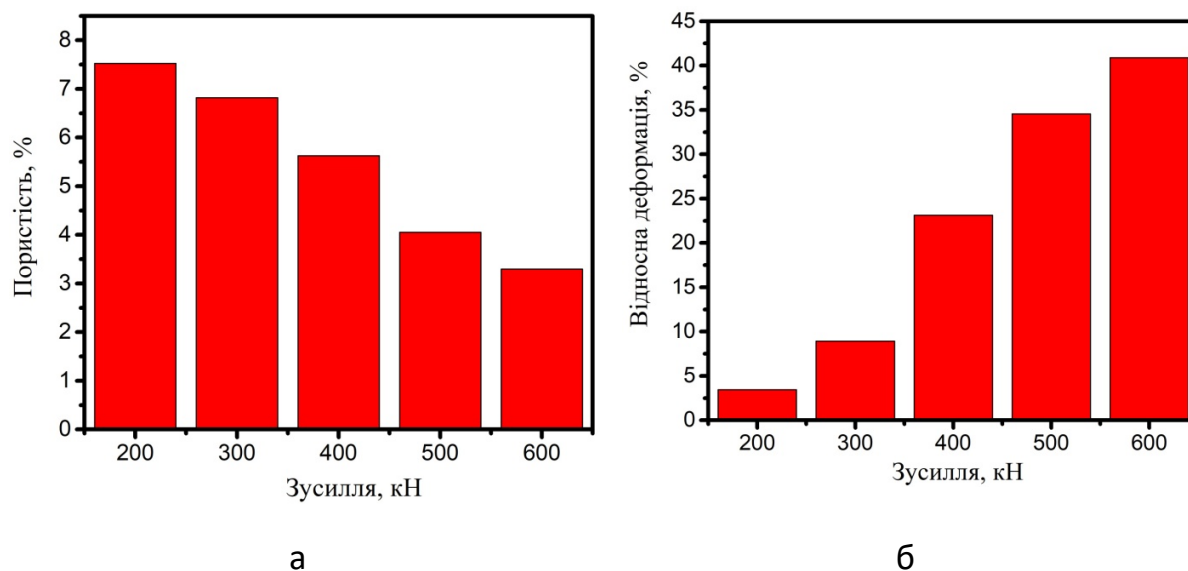


Рисунок 4.16 - Пористість та відносна деформація зразків на основі залізу з добавкою графіту (1,6 %) від зусилля вільного осадження при температурі 20 °С в обичайці.

Приведені результати процесу осадження порошкових зразків в обичайці показало можливість отримання рівномірних компактних заготовок, що мають пористість близько 3 % при відносній деформації близько 40 % при 600 кН (рис. 4.16). Встановлено, що в досліджуваному діапазоні зусиль осадження відбувається рівномірна деформація зразку разом із обичайкою. Обичайка, фактично, виконує роль захисної оболонки порошкового брикету і запобігає появі тріщин на периферії зразків.

Можна констатувати, що проведення осадження із частковим обмеженням її свободи дозволяє формувати комбіновані бездефектні заготовки, що складаються із щільної і міцної периферійної частини і

малопористої проте не міцної серцевини. Достатньо очевидно, що для надання матеріалу серцевини високих фізико-механічних властивостей, отриману заготовку можна піддавати спіканню або гарячій деформації шляхом осадження, ковки чи штамповки. При цьому доцільно використовувати обичайку як невід'ємну частину кінцевого продукту.

4.3 Вивчення процесу деформації крихких матеріалів при вільному осадженні

На відміну від пластичних матеріалів гідрид титана вважається крихким об'єктом, що дозволяє проводити механічну обробку заготовок на його основі. Проте, в роботі [298] показано, що в умовах квазігідростатичного стиснення гідрид титана частково піддається пластичній деформації. Враховуючи результати попередніх досліджень, а саме переваги вільної осадки пресовок на основі заліза порівняно з ущільненням в КВТ було перевірена можливість деформації гідриду титана вільним осадженням із застосуванням деформацій зсуву.

Було використано порошок гідриду титану TiH_2 який пресували в сталевий роз'ємний прес-формі з робочим діаметром 10 мм при тиску 700 МПа з отриманням брикетів циліндричної форми. Пористість пресовок складала 22-23 %, що відповідає попереднім результатам отриманим в розділі 3 (рис. 3.31 а). Отримані пресовки розміщали в сталевих обичайках висотою 14–15 мм (відповідає висоті пресовки) і внутрішнім діаметром близько 10 мм.

Зразки піддавали вільному осадженню в діапазоні зусиль від 40 до 400 кН (рис. 4.17).

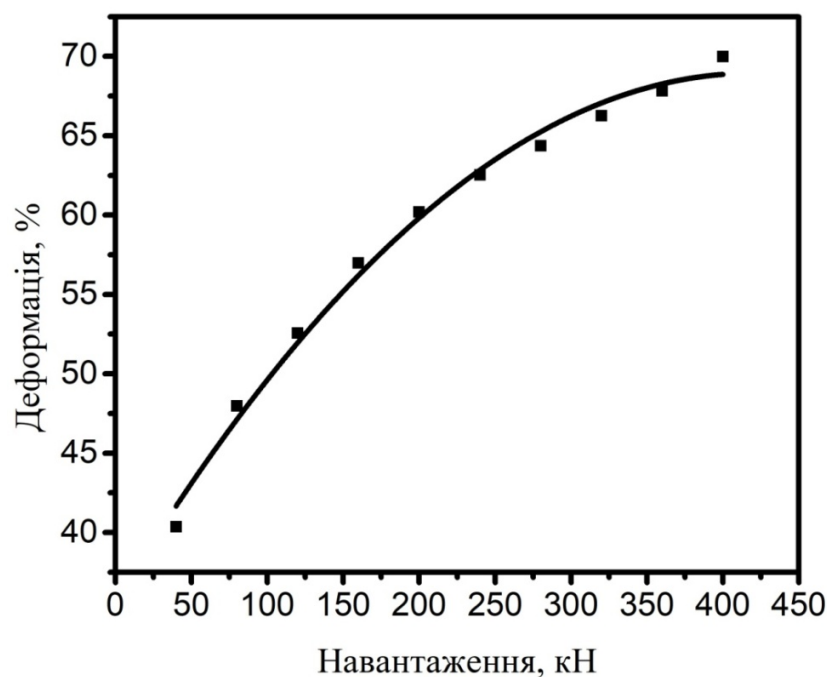


Рисунок 4.17 – Залежність відносної деформації пресовок із гідриду титана від зусилля осадження

Відповідно до графіку наведеному на рисунку 4.17 ступінь деформації пресовок із гідриду титана складала 70 %, при цьому руйнування та розтріскування пресовок із відносно крихкого матеріалу не відбулося. Було отримано щільні заготовки в яких об'єм пор не перевищує 1-2 %. Сталева обичайка практично виконала функцію підтримки пресовки, що не дозволило її зруйнувати при деформації. Проте, на відміну від прес-інструменту, відпалена сталевая обичайка деформувалась спільно із

пресовкою із суттєвим переміщенням у радіальному напрямку. Відповідно периферійна зона пресовки зазнала значних зсувних деформації на відміну від центральної частини. Було досліджено зміну структурного стану в різних зонах пресовки із гідриду титана після вільної осадки.

Досліджували механічні характеристики пресовок із гідриду титана після осадки в різних зонах методом безперервного вдавлювання на приладі “Micron-gamma” [299]. Метод безперервного вдавлювання засновано на автоматичній реєстрації навантаження на індентор, а також глибини його впровадження. Методичні основи визначення твердості і модуля пружності за діаграмами впровадження базуються на методі Олівера-Фара (Oliver W. C., Pharr G.), що прийнятий в якості міжнародного стандарту (ISO/FDIS 14577-1:2002).

Як показали результати вимірювання мікротвердості, осаджених зразків, остання зменшується від краю заготовки з 3,5 – 5,0 ГПа до 1,8 – 2,0 ГПа в центральній частині (рис. 4.18). Зменшення мікротвердості супроводжується зменшенням модулю пружності з 68,7 до 54,7 ГПа матеріалу (табл. 4.3). При цьому, закономірно відбувається збільшення коефіцієнту пластичності гідриду титана з 0,812 до 0,869, що може бути забезпечено більшою щільністю в центральній зоні заготовки.

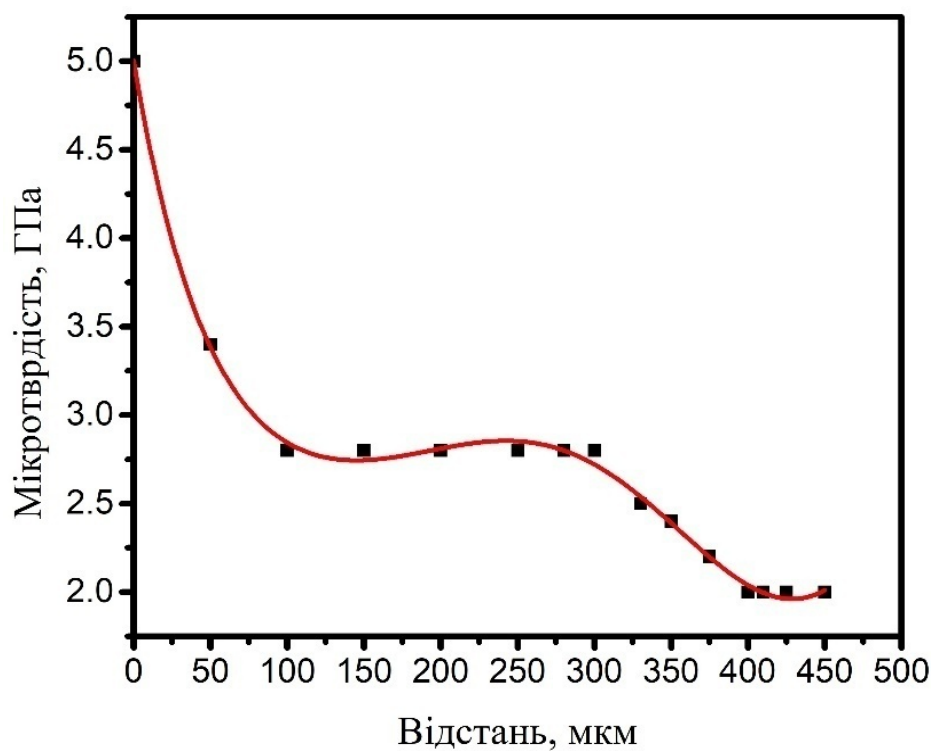
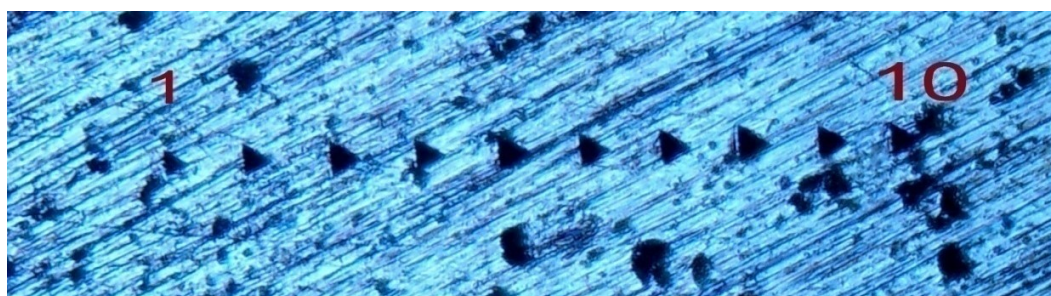


Рисунок 4.18 – Зміна мікротвердості TiN_2 після осадження від периферії до центральної частини

Таблиця 4.3 – Механічні властивості пресовки із гідриду титана після вільного осадження

Зона пресовки	H (Мейер), ГПа	E, ГПа	Коеф. пластичності	Напруження ГПа
Периферія	3,51	68,7	0,812	0,711
Центральна	1,86	54,7	0,869	0,407

Водночас із збільшенням твердості на периферії збільшуються напруження з 0,407 до 0,711 (табл. 4.3), що обумовлено більш складним механізмом деформації: поєднання нормальних та зсувних деформацій, на відміну від центральної частини, де реалізуються тільки нормальні деформації.

Більш напружений стан в периферійній зоні обумовлений також структурними змінами матеріалу, що підтверджують результати рентгеноструктурного аналізу (рис. 4.19).

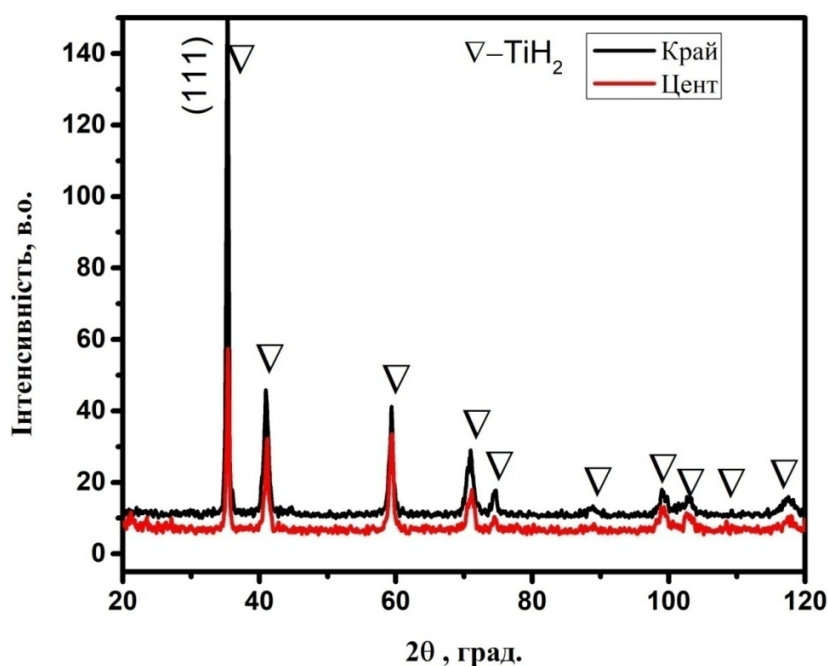


Рисунок 4.19 - Спектри рентгенівської дифракції гідриду титану після осадки зняті в центральній та периферійній зонах

Як показали результати рентгенофазового аналізу, інтенсивність лінії 111 деформованого матеріалу (краю) більша чим менш деформованого (центру), це може бути пов'язано з тим що гідрид титану в своїй основі має О.Ц.К-гратку де напрямок ковзання площини – 111. В свою чергу параметр гратки центральної частини зразку рівний $4,4167\text{\AA}$ в той час як край має

період гратки $4,4131\text{\AA}$ що вказує на більший ступінь деформації при обробці так як для вихідної пресовки параметр гратки становить: $4,4183\text{\AA}$.

Таким чином, процес вільного осадження забезпечує ущільнення порошкових крихких матеріалів до без пористого стану. Застосування сталевих обичайок із заданим рівнем пластичності забезпечує певні умови створення заготовок із градієнтом властивостей по перетину заготовки.

4.4. Висновки

1. Вперше показано ефективність отримання високощільних та високоміцних порошкових матеріалів на основі заліза вільним осадженням, що обумовлено вкладом деформацій зсуву в процес ущільнення.

2. Показана доцільність доущільнення вільним осадженням багат шарових брикетів на прикладі залізграфітових зразків з різним вмістом графіту в шарах, що забезпечує градієнт властивостей.

3. Показано, що вільне осадження відпалених брикетів приводить до підвищення їх щільності, яка залежить від температури. Зниження деформації брикетів на основі заліза нагрітих у графіті при $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ обумовлено їх науглецюванням при нагріві, що приводить до їх зміцнення через розчинення вуглецю в залізі.

4. Встановлено, що утворення тріщин в периферійній зоні брикетів, підданих осадженню при кімнатній температурі, усувається шляхом розміщення брикетів у сталевій обичайці і відповідно, проведенням їх сумісного осадження.

5. Показано, що вільне осадження дозволяє отримати компактні заготовки із гідриду титану із зміною структурних складових залежно від зони деформації. При цьому спостерігається градієнт фізико-механічних властивостей матеріалу пресовки після осадження.

РОЗДІЛ 5

ВПЛИВ ТЕРМОДЕФОРМАЦІЙНОГО ОБРОБЛЕННЯ НА ПРОЦЕСИ УЩІЛЬНЕННЯ, ФАЗОВИЙ СКЛАД, МІКРОСТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ

Сучасні методи інтенсивної пластичної деформації, що дозволяють отримати наноструктурний стан та субмікрystalічну структуру, застосовуються переважно для компактних об'єктів. Термодеформаційне оброблення порошкових об'єктів пов'язана насамперед, із технологіями гарячого пресування, динамічного гарячого пресування та гарячої штамповки. Дані технології дозволяють отримати безпористі порошкові матеріали, які за рівнем властивостей не поступаються, а в деяких випадках можуть переважати литі сплави, що дозволяє використовувати їх для виготовлення важко навантажених конструкційних виробів.

Гаряче кування порошкових брикетів і порошоків, поміщених в сталеві капсули, досліджувалася переважно при виготовленні щільних заготовок і деталей з вольфраму і молібдену. Розробка безпористих сплавів і композиційних матеріалів з порошкових сумішей на основі порошку заліза часто пов'язана з проблемами досягнення без пористого стану пресовок з цих сумішей. Ці проблеми можуть бути вирішені застосуванням при їх виготовленні різними способами термодеформаційного ущільнення, в тому числі гарячим куванням. Принциповою відмінністю вільного торцевого кування від інших термодеформаційних методів є значні деформації у радіальному напрямку, оскільки заготовка не обмежується стінками прес-інструменту. Створення умов при яких поєднуються нормальні деформації та великі деформації зсуву може дозволити отримати матеріали з нерівноважною структурою, що може бути аналогом методам інтенсивної пластичної деформації.

5.1 Вплив гарячого кування на процес ущільнення залізграфітових пресовок

Експериментальний вибір нових перспективних щільних матеріалів, виготовлених гарячим машинним куванням, пов'язаний зі значними матеріальними і тимчасовими витратами, тобто перешкодами, які доцільно обійти. Цілком очевидно, що це можливо в первинному пошуку, за допомогою проведення ручного кування малих брикетів з подальшим дослідженням їх властивостей, замість дорогого машинного кування брикетів значного розміру.

Тому спочатку проводилась оцінка можливості використання ручного гарячого кування для ущільнення брикетів малої маси з сумішей на основі порошку заліза, що проводилася за результатами дослідження фізико-механічних властивостей отриманих з них зразків малого розміру [300].

Для дослідження використовували суміші порошку заліза марки ПЖРВ 200.28, що містять (мас.%): 0, 1,7, 4,0, 12,0 порошку графіту марки ГС-4. Компоненти змішували вручну, для подальшого пресування наважок масою від 8,0 до 8,5 г (спеціально проведені експерименти показали можливість кування брикетів меншої маси - 4,5-5,0 г). Пресування сумішей проводили в роз'ємній прес-формі діаметром 10,0 мм при тиску 700 МПа. Отримані циліндричні брикети висотою ~ 15,0-16,0 мм поміщали в крупку графіту (+ 025-05 мм) і спікали при 1100 ° С протягом 1 години в засипці з графітової крупки в не повністю герметизованому контейнері. Пористість спечених брикетів в ряду 0, 1,7, 4,0 і 12,0% вмісту графіту падає від 12-13 об. % до 4-5 об. %. Оскільки основною складністю при куванні малих брикетів на повітрі є їх швидке охолодження, нижче температури, що забезпечує достатню пластичність, була застосована наступна лабораторна технологія їх кування.

Брикети, повністю занурені в подрібнене деревне вугілля, поміщали в жаростійкий сталевий контейнер. Нагрівання контейнера проводили на повітрі в камерній електричній печі при температурі 1100 °С до його повного прогріву. Для кування використовували плоске сталеве ковадло підігріте до 300-350 ° С і кувалду з плоским бойком вагою 1 кг. Після прогріву контейнер витягували з печі, розміщували поруч з ковадлом і кожен брикет піддавали ручному двосторонньому торцевому куванню з нанесенням 8-10 ударів по кожному торцю. Кування припиняли при температурі 800-900 °С, після чого ковани брикети відразу кидали на сталеву плиту, на якій вони швидко остигали.

При необхідності проведення дворазового кування гарячі або охолоджені зразки знову занурювали в вугілля і контейнер повторно нагрівали. В результаті дворазового кування осадка брикетів становила 70-80%, тобто брикети брали форму зразків-шайб із закругленими краями.

Їх розрізали уздовж вертикальної осі і виготовляли шліфи, поверхню яких піддавали аналізу. Для порівняння використовували шліфи з спечених (але не кованих) брикетів, розрізаних перпендикулярно вертикальної осі.

Вивчення структури зразків проводили на скануючому електронному мікроскопі SELM-106. Дюрометричні дослідження проводили на напівавтоматичному приладі ТК-2 і на автоматичному приладі MHV-1000. Порівняльний аналіз механічних властивостей спечених, а також спечених і кованих брикетів проводили на універсальній машині "CERAMTEST", з використанням автоматичних методичних комплексів для випробувань малих зразків [301]. Мікроіндентування зразків проводили методом безперервного вдавнення на установці "Micron-gamma".

Результати вимірювання твердості та мікротвердості спечених, а також спечених і кованих зразків, спочатку містять 0, 1,7, 4,0 і 12,0 мас. % графіту представлено в таблиці 5.1.

Таблиця 5.1. - Твердість спечених та спечених и кованих брикетів на основі заліза з різним вмістом графіту

Вміст графіту, %	Твердість, HRB		Твердість, HRC		Мікротвердість, ГПа	
	спечений	спечений и кований	спечений	спечений и кований	спечений	спечений и кований
0	60–65	90–94	14,0–16,0	18,0–24,0	0,6–0,9	1,7–1,8
1,7	75–82	94–96	14,3–16,0	41,9–43,7	1,8–2,3	4,1–4,3
4	70–72	92–94	15,1–16,6	26,1–30,2	1,7–2,1	3,2–3,5
12	–	90–92	–	16,5–19,3	0,8–1,1	1,8–1,9

Наведені в таблиці 5.1 дані свідчать про те, що охолодження кованих пресовок протікає досить швидко, в результаті чого вони зазнають неповне загартування. Ці дані, в сукупності з результатами металографічного і рентгенофазового аналізів показали, що в процесі нагрівання протікає науглецювання брикетів, що не містять графіту, що узгоджується з даними [59]. Збільшення кількості графіту при нагріванні посилює внутрішню цементацію, збільшуючи вміст вуглецю в аустеніті. Оскільки під час кування відбувається охолодження зразків з 1100 °С до 700–800 °С, то з аустеніту виділяється вторинний цементит, зміцнюючи матеріал. Утворення цементиту підтверджують результати рентгенофазового аналізу (рис. 5.1.).

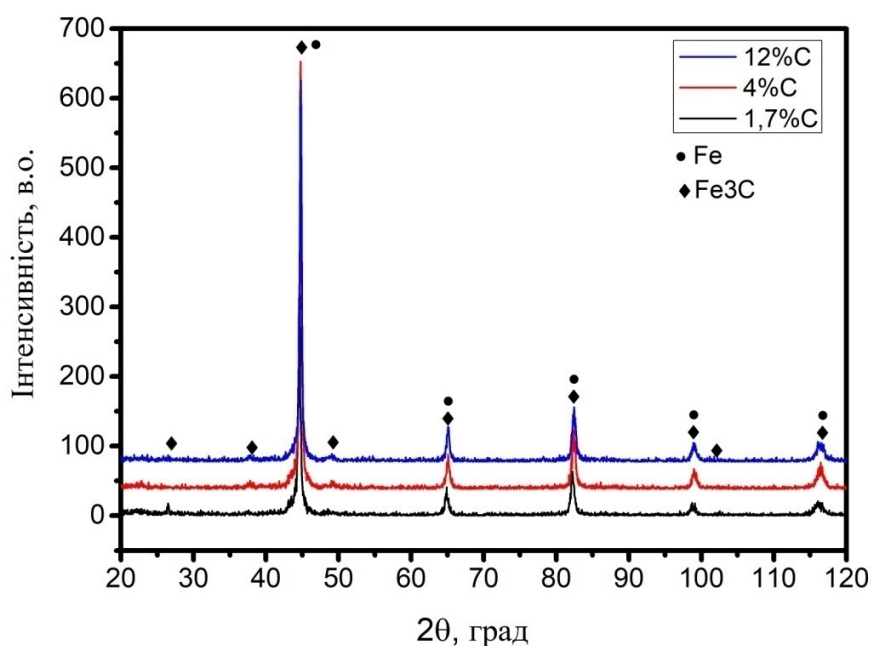


Рисунок 5.1 - Спектри рентгенівської дифракції кованих пресовок на основі заліза з різним вмістом графіту

Швидке охолодження в процесі деформування визиває нерівномірне протікання процесів повернення та повної і неповної рекристалізації. Тому вони можуть знаходитись в зміцненому стані різного ступеня. На рисунку 5.2 можна визначити ділянки з витягнутою формою, в яких процеси рекристалізації не пройшли.

Прискорене охолодження сприяє утворенню аномальної структури (рис 5.2). Особливістю ділянок з аномальною структурою в досліджених зразках є те, що зосереджений цементит може знаходитись як в оточенні фериту, так і сам оточувати вільний ферит. Це, можливо, пов'язано з особливостями формування структури в жорстких умовах вільного деформування та прискореного охолодження.

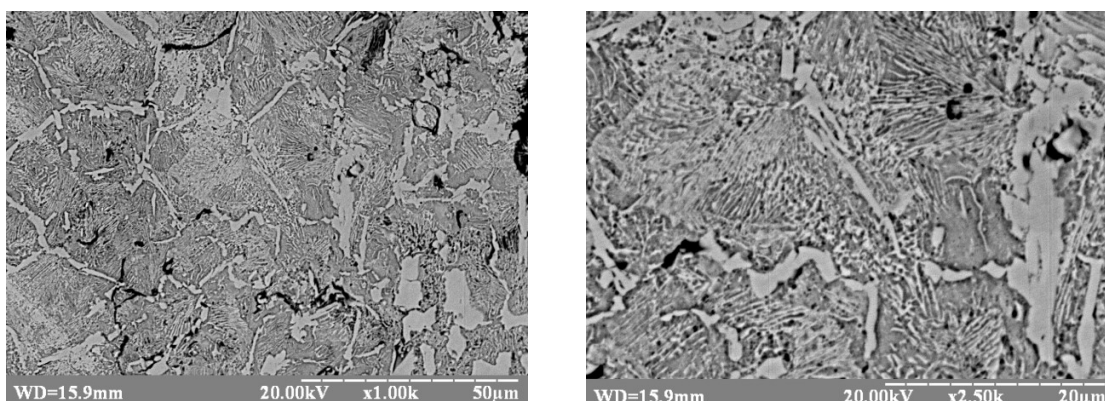


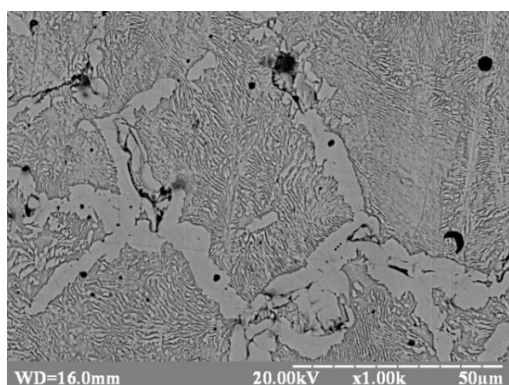
Рисунок 5.2 – Мікроструктура зразків на основі заліза після гарячого кування

Цікаво відзначити, що перлітна-цементитна суміш кованих матеріалів має зернисту будову (рис. 5.2), яка характерна у випадку застосування термо-механічної ізотермічної обробки (ТМІЗО). Скоріш за все, це пов'язано з деформуванням зразків саме під час евтектоїдного перетворення.

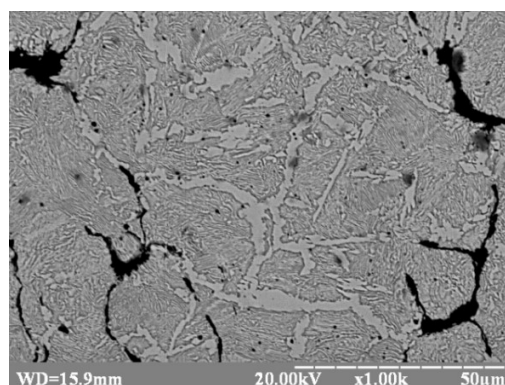
Таке деформування сприяє зменшенню розмірів зерен, наслідуванню дислокаційної структури від деформованого аустеніту, що відображується на механічних властивостях кованих матеріалів.

Ці дані показують також зростання твердості матеріалів в результаті кування, що може бути наслідком істотного зниження як пористості образів, так і подрібнення зерен. Введення значної кількості порошку графіту в порошок заліза (4,0 і 12,0 %) покращує ущільнення останнього, тобто знижує пористість сирих брикетів, а також обумовлює їх практичну нечутливість до науглецювання ззовні при нагріванні під кування. Так, при додаванні 4,0 % графіту спостерігаються ділянки перліту, що оточені цементитною сіткою, яка перешкоджала процесам дифузії (цементациї), що привело до більшої кількості вільного графіту (рис. 5.3 б). Після кування відбувається фрагментація цементитної сітки та її витончення. Дослідження

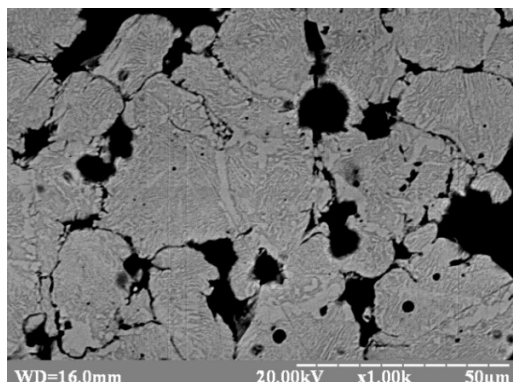
структури зразків з вмістом вуглецю 12 % показало, що вона представляє собою евтектоїд – феритно-цементитну суміш. Велика кількість графіту, введеного в вихідну суміш, приводить до сильного науглецювання аустеніту під час нагрівання перед куванням, залишаючись у вільному стані графітні включення викликають подрібнення зерна (рис. 5.3 г).



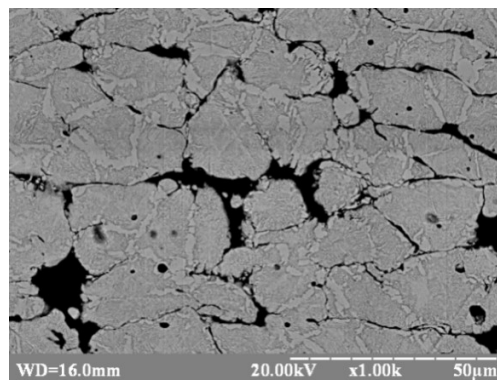
а



б



в



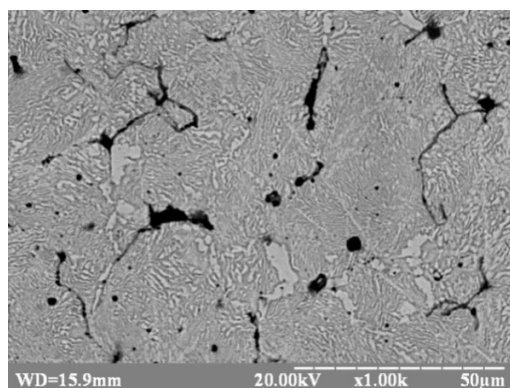
г

Рисунок 5.3 – Мікроструктура матеріалів на основі заліза із вмістом графіту 4,0 % (а, б) и 12,0 % (в, г) після спікання (а, в) та після спікання и гарячого кування (б, г)

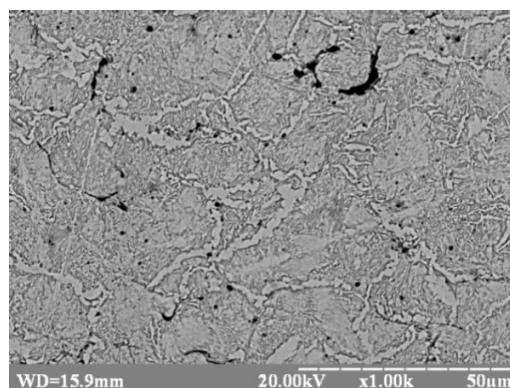
Тому приріст твердості брикетів, що містять 4,0 і 12,0 % графіту, який розділяє зерна заліза, мабуть, зумовлене переважно зростанням кількості

ділянок гарячого зварювання зерен заліза. Це, насамперед, пов'язано зі деформацією зсуву матеріалу брикету при вільному куванні, що сприяє виникненню нових контактів залізо–залізо (рис.5.3).

Максимальне підвищення твердості HRC складу, що містить 1,7% графіту в результаті кування, ймовірно, обумовлено впливом всіх чотирьох механізмів: розчиненням вуглецю в залізі, зниженням загальної пористості, усуненням міжчастинкових щілин і подрібненням зерен матеріалу при зсувній деформації (рис. 5.4), а також за рахунок гарту. Суміш, що містить 1,5-2,0% графіту, може використовуватися як базова при розробці багатокомпонентних рецептур сталей і сталевих композитів.



а



б

Рисунок 5.4 - Мікроструктура матеріалів на основі заліза з 1,7% графіту після спікання (а) і після спікання і гарячого кування (б)

У сплавах із вмістом графіту 4,0 % спостерігаються ділянки, в яких цементит подрібнюється на зерна сферичної форми (рис. 5.5). Термдеформаційне оброблення змінює розчинність вуглецю, в результаті чого в деяких ділянках залишаються карбіди пластинчастої форми (рис. 5.3 б), на частині ділянок відбувається фрагментація карбідів і утворення глобулярного цементиту. Нерівномірність розчинення цементиту при куванні в діапазоні евтектоїдного перетворення приводить до утворення не

скомпенсованих мікронапружень, що змінює механічні характеристики матеріалів.

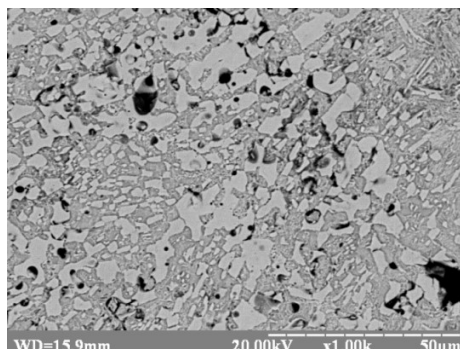


Рисунок 5.5 - Мікроструктура матеріалів на основі заліза з графітом 4,0 % після гарячого кування

Дослідження міцності на стискання матеріалів показало, що кування призводить до збільшення міцності спечених зразків, крім зразків, що містять велику кількість графіту (табл. 5.2).

Таблиця 5.2 - Міцність при стисканні, межа плинності і відносна деформація спечених і спечених і кованих зразків

Вміст графіту, %	Спечені			
	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа	σ_B , МПа	$\epsilon_{пл}$, %
1,7	248	307	1186	35,2
4,0	181	241	683	16,3
12,0	142	188	288	3,3
Вміст графіту, %	Спечені і ковані			
	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа	σ_B , МПа	$\epsilon_{пл}$, %
1,7	207	279	1283	26,9
4,0	245	310	794	12,3
12,0	176	220	255	0,9

Ці результати показують, що кування спечених брикетів призводить до підвищення межі міцності і межі текучості зразків, зменшуючи, при цьому, пластичність отриманих матеріалів (деформація знижується на 25-30%).

Вимірювання міцності на триточковий згин кованих зразків із вмістом графіту 1,7 % підтвердило результати вимірювань міцності на стиснення. Зразки з невеликим вмістом графітом мають міцність на згин 1180 – 1200 МПа (рис. 5.6).

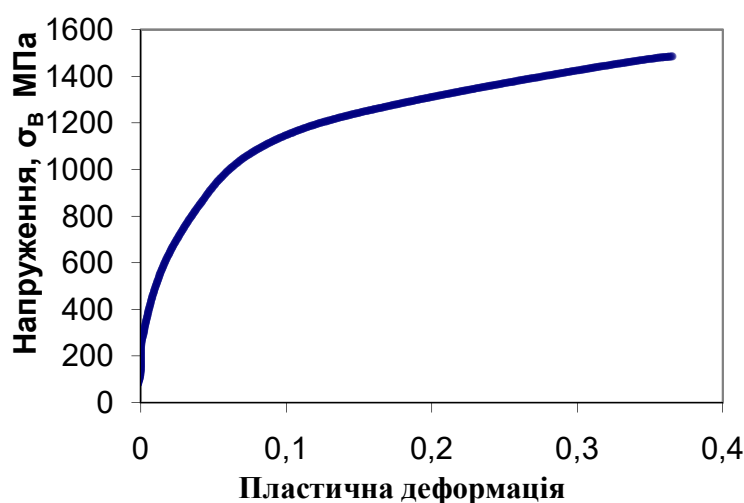


Рисунок 5.6 - Діаграма напруження – деформація спечених та кованих зразків із вмістом графіту 1,7 % під час випробування на триточковий згин

Зниження пластичності і збільшення твердості і модуля Юнга матеріалів в результаті кування, підтверджують також, результати мікроіндентування, проведеного методом безперервного вдавнення (табл. 5.3).

З результатів мікроіндентування можна спостерігати збільшення в 1,5 рази мікротвердості та модуля Юнга зразків після кування для зразків із вмістом 1,7 % графіту. Для матеріалів із більшим вмістом графіту різниця менше, хоча зберігається різниця у пластичності та величині напружень.

Таблиця 5.3 – Мікротвердість, модуль Юнга, коефіцієнт пластичності та напруження спечених та кованих зразків на основі залізу з різним вмістом вуглецю

Вміст графіту, %	Спечений			
	Н (Мейер)	Е, ГПа	Коеф. пластичності	Напруження ГПа
1.7	3.4	142	0.924	0.645
4	3.25	162	0.93	0.761
12	1.62	77.5	0.92	0.34
Вміст графіту, %	Кований			
	Н (Мейер)	Е, ГПа	Коеф. пластичності	Напруження ГПа
1.7	4.6	184	0.9	1.05
4	3.8	137	0.9	0.87
12	1.9	63.5	0.892	0.431

Так, якщо розглянути діаграми характеру навантаження та розвантаження індентора у спечених та кованих зразках, можна побачити, що ковані зразки, незалежно від вмісту графіту мають пружно-пластичний характер деформації під дією індентора (рис. 5.7).

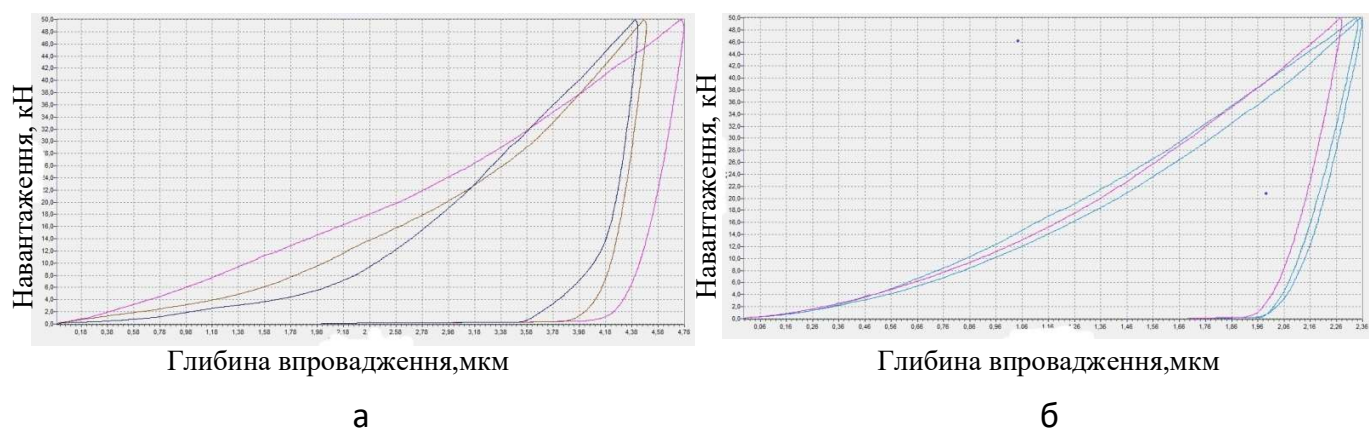


Рисунок 5.7 - Залежність характеру навантаження індентора від глибини впровадження:: а – спечений 1,7 %, б – кований 1,7 %

Глибина впровадження індентора складає в середньому 1,85–2,05 мкм для 1,7 та 4,0 % графіту і збільшується до 2,10–2,40 мкм для 12,0 % графіту, що обумовлено зниженням твердості зразків.

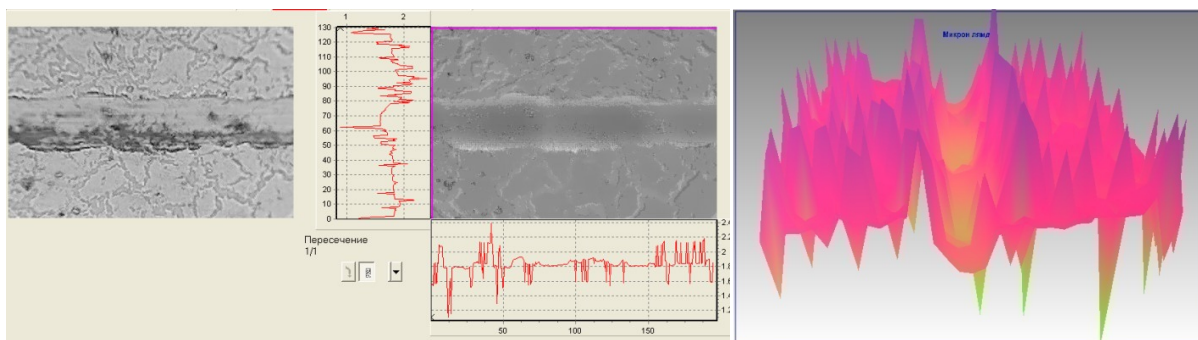
Для спечених зразків глибина впровадження індентора складає 2,50–3,90 мкм, що говорить про більш пластичний характер деформації. При цьому слід зазначити більш широкий діапазон кривих для спечених зразків (рис. 5.7 а), що говорить про структурну неоднорідність матеріалів, особливо із високим вмістом графіту. Гаряче кування приводить до кращої відтворюваності результатів мікроіндентування, розбіжність спостерігається тільки при високому вмісті графіту.

Дослідження процесу зношування зразків методом статичного сканування поверхні індентором показав, що ковані зразки мають меншу силу тертя та більш рівномірний характер тертя без коливань.

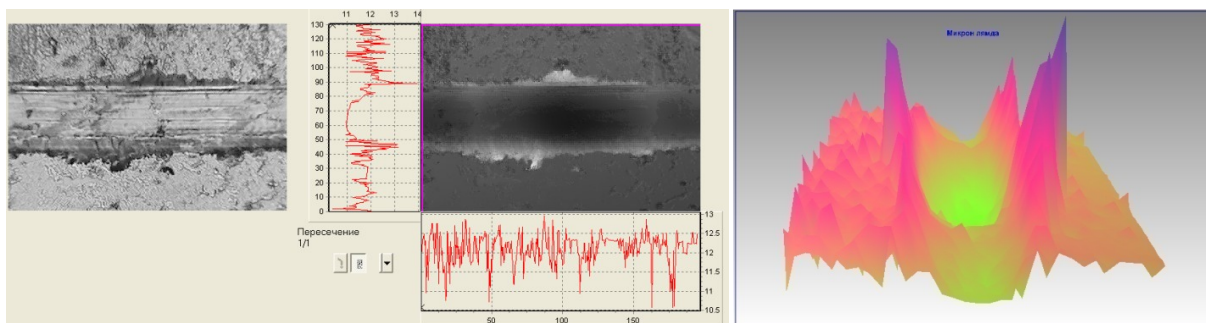
Розрахунок коефіцієнта тертя показало, що ковані зразки мають нижчий коефіцієнт, який складає 0,075–0,08 для зразків, що містять 1,7 та 4,0 графіту, для спечених зразків аналогічного складу коефіцієнт складає 0,1–0,11. Відсутність залежності коефіцієнта тертя від вмісту графіту можна пояснити тим, що для матеріалів даного складу, збільшення

кількості графіту приводить до зниження загальної твердості та міцності зразків. Це особливо помітно для зразків, що містять 12,0 % графіту, для яких практично відсутня різниця у значеннях коефіцієнту тертя, який складає 0,12–0,15 як для спечених так і для кованих зразків.

Відмінність характеру зношування поверхні кованих і спечених зразків підтверджують 3D топографії поверхні та профілограми (рис. 5.8), які визначали за допомогою «Micron-alpha».



а



б

Рисунок 5.8 – Макроструктури поверхні, 2D топографії з профілограмами і 3D зображення доріжок тертя: а – профілограма зразку з 1,7 % графіту спеченого та кованого, б – профілограма зразку з 1,7 % графіту спеченого

Даний прилад призначений для реєстрації мікротопографій поверхонь методом обробки послідовностей інтерференційних зображень, що дозволяє будувати 2D і 3D профілі поверхні, кількісно оцінювати характеристики з нанометричним розширенням (всі відомі параметри шорсткості), вираховувати радіус заокруглення та об'єм виступу (западини), вираховувати площі складної поверхні.

З результатів представлених на рисунку 5.8 видно, що для кованих зразків глибина зношування значно менша за спечені, для яких характерний навал по краю доріжки. Аналогічні результати показали і зразки з більшим вмістом графіту. Зменшення зношування кованих зразків пояснюється збільшенням твердості, завдяки чому ковані зразки чинять більший опір проникненню індентору.

Результати досліджень показали, перспективність застосування технології вільного гарячого кування для створення антифрикційних порошкових матеріалів, що працюють в умовах високих динамічних навантажень та абразивного зношування. Особливо перспективним складом із досліджуваних зразків є матеріал з 1,7 % графіту, який має високу твердість (близько 40 HRC) та володіє високою міцністю при стисненні та згині (1280 МПа та 1300 МПа відповідно). Дані матеріали оказують найбільший опір зношуванню в умовах сухого тертя та мають відносно низький коефіцієнт тертя 0,075–0,08. При цьому вони не повинні поступатися за характеристиками ковким чавунам, при суттєвому зменшенні часу термічної обробки (30–70 годин відпалу для кового чавуну).

Досвід ручного кування спечених брикетів і аналіз отриманих даних за їх властивостями до- і після кування свідчить про те, що для отримання первинної серії кованих зразків необхідні невеликі витрати матеріалів необхідних для приготування 50-100 г суміші; за робочий день можна

прокувати брикети 5-10 різних складів. Зразки малих розмірів, вирізані з отриманих мініпоковок, можуть бути досліджені настільки детально, наскільки це мінімально необхідно. Все це значно здешевлює і прискорює пошук нових матеріалів і оцінку їх властивостей. Разом з цим загальним висновком отриманий досвід обумовлює необхідність експериментальної перевірки наступних експериментальних ситуацій.

Поєднання нагріву під торцеве кування сирих брикетів в шарі деревного вугілля з їх спіканням і науглецюванням може дозволити обійтися без проведення окремої операції спікання брикетів. Мабуть, така можливість існує тільки для складів, що не містять компоненти, що окислюються в газовій суміші CO/CO_2 . Реалізація цієї можливості, в свою чергу, дозволяє сформулювати припущення про доцільність експериментальної перевірки спікання брикетів, підданих первинному торцевому куванню для додання їм здатності до кування в протилежному напрямку без руйнування. Така можливість може бути наслідком утворення дифузійного зв'язку в нових контактних зонах, що утворюються в процесі торцевого кування.

Вільне торцеве кування спечених брикетів деяких складів (зокрема з великим вмістом графіту - 12%) призводить до розтріскування периферійної частини брикетів і її викришування. У зв'язку з цією обставиною виникає необхідність застосування спеціальних способів оформлення під кування брикетів з сумішей, що незадовільно ущільнюються і спікаються. При багаторазових прококах з використанням таких способів, зсувна деформація частинок заліза і їх зрощення можуть дозволити реалізувати високу щільність матеріалу і хорошу взаємну адгезію зерен різного складу без руйнування брикетів. Відповідно, із даними, що отримані при вільній осадці порошків, був використаний наступний спосіб спорядження брикетів.

Спечений або неспечений циліндричний брикет поміщали в трубчасту сталеву обичайку практично рівною з ним висоти, що має діаметр дещо більший діаметра брикету. Вільному двосторонньому гарячому торцевому кування піддавали брикети з різних порошкових матеріалів, зокрема, з оксиду заліза, що були спресовані при 700 МПа (рис. 5.9).

При цьому були отримані брикети з високою щільністю без руйнування та тріщин по периферійній зоні пресовок.



Рисунок 5.9 - Брикет із оксиду заліза (Fe_2O_3) в обичайці до (а) та після гарячого кування (б)

Аналогічний прийом збірки обичайка – пресовка, було використано і при машинному куванні, для якої застосовувався пневматичний молот марки МА 4129, з масою падаючих частин 75 кг, до 210 ударів за хвилину, який призначений для різних робіт: протяжки, осадки, прошивки отворів, гарячої рубки металу, а також вільного кування на плоских і фасонних бойках.

Для машинного кування було спресовано брикети із залізного порошку з добавками графіту (1,7 %) діаметром 30 мм і висотою 20 мм, які вставляли в сталеві відпалені обичайки товщиною 3 мм, висотою 20-21 мм (відповідає висоті пресовки). Збірки нагрівали в контейнері з засипкою із деревного вугілля при температурі 1150 °С протягом 30 хв та проводили

машинне торцеве кування із нанесенням 8-10 ударів по кожному торцю. Результати зміни геометричних параметрів і пористості зборок наведені в таблиці 5.4.

Таблиця 5.4 – Геометричні параметри і пористість пресовок на основі залізного порошку з добавкою графіту 1,7 %

Параметр	Перед куванням	Після вільного гарячого кування
Висота, мм	20,4	11,9
Діаметр, мм	33,2	51,5
Пористість, %	7–8	~1

В результаті кування було отримано брикети із залишковим об'ємом пор близько 1 %. При цьому деформація зборок складала близько 70 %. Також було перевірено вплив попередньої деформації зборок у вигляді вільної осадки на процес гарячого кування, результати наведено в таблиці 5.5

Таблиця 5.5 – Геометричні параметри і пористість пресовок на основі залізного порошку з добавкою графіту 1,7 %

Параметр	Вихідний стан	Після вільної осадки	Після вільного гарячого кування
Висота, мм	20,4	16,5	10,1
Діаметр, мм	33,2	46,5	53,5
Пористість, %	7–8	2	~1

Таким чином, встановлено, що використання сталевий обичайки дозволяє розширити коло порошків і порошкових композицій без їх руйнування пресовок при ущільненні гарячим куванням. Теоретичні аспекти вивчення процесу деформації порошкових об'єктів в умовах термдеформаційної обробки можливо реалізувати шляхом комп'ютерного моделювання.

5.2 Моделювання процесу деформації порошкових систем в умовах вільного торцевого кування

Процеси ущільнення порошкових матеріалів, що супроводжуються значною пластичною деформацією, в більшості випадках можливо при використанні чисельних методів, зокрема методів скінченних елементів. На сьогодні, на основі методів скінченних елементів створено достатню кількість систем аналізу, за допомогою яких можна описати поведінку порошкових систем в умовах деформації [302].

Однією із основних систем аналізу, що дозволяє адекватно описати поведінку порошкових матеріалів при деформації є DEFORM. Проте, більшість публікацій пов'язані із моделюванням процесів порошкових матеріалів в умовах статичного пресування, штамповки або осадки [303 – 305], інформація, що стосується моделювання процесу вільного торцевого кування, практично відсутня. Тому, зважаючи на перспективність схеми пластичної деформації порошкових об'єктів в умовах вільного торцевого кування, було проведено моделювання поведінки пресовки на різних стадіях деформування. Вирішення відповідних граничних задач виконувалось в середовищі DEFORM 2D/3D. В якості реологічної моделі середовища, яке деформується була прийнята модель жорстко-пластичного пористого тіла [306]. За результатами моделювання оцінювався вплив

вільного кування на розподіл пористості та напружено-деформованого стану циліндричної порошкової пресовки системи залізо - вуглець.

Геометричні параметри пресовки та обичайки для моделювання було взято на основі проведених експериментів (табл. 5.4, 5.5), побудована модель наведена на рисунку 5.10.

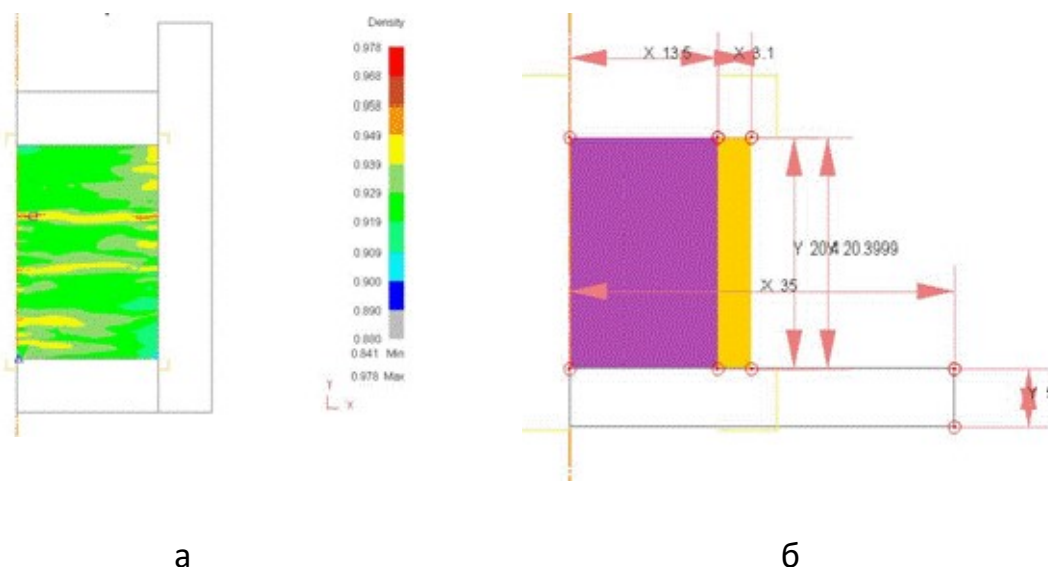


Рисунок 5.10 – Модель порошкового тіла: а – розподіл відносної щільності по об'єму пресовки, б – розміри зборки пресовка - обичайка

В результаті моделювання було встановлено, що основна деформація пресовок відбувається вже після перших 3-4 ударів молоту, при цьому основна частина пресовки досягає 0,98 – 0,99 відносної щільності, відносні щільність в межах 0,94 – 0,96 спостерігається на периферії пресовки, в зоні прилягання пресовки до сталеві обичайки. Встановлено відмінність розподілу відносної щільності в залежності від об'єму пор вихідної пресовки (рис. 5.11). При більшому об'ємі пор (12 %) основне навантаження приходить на обичайку, що приводить до утворення бочки, відповідно пресовка деформується більш інтенсивно в нормальному напрямку (рис. 5.11 а). При меншій пористості (7 %) пресовка чинить

більший опір нормальним навантаженням та інтенсивно деформується в радіальному напрямку (рис. 5.11 б)

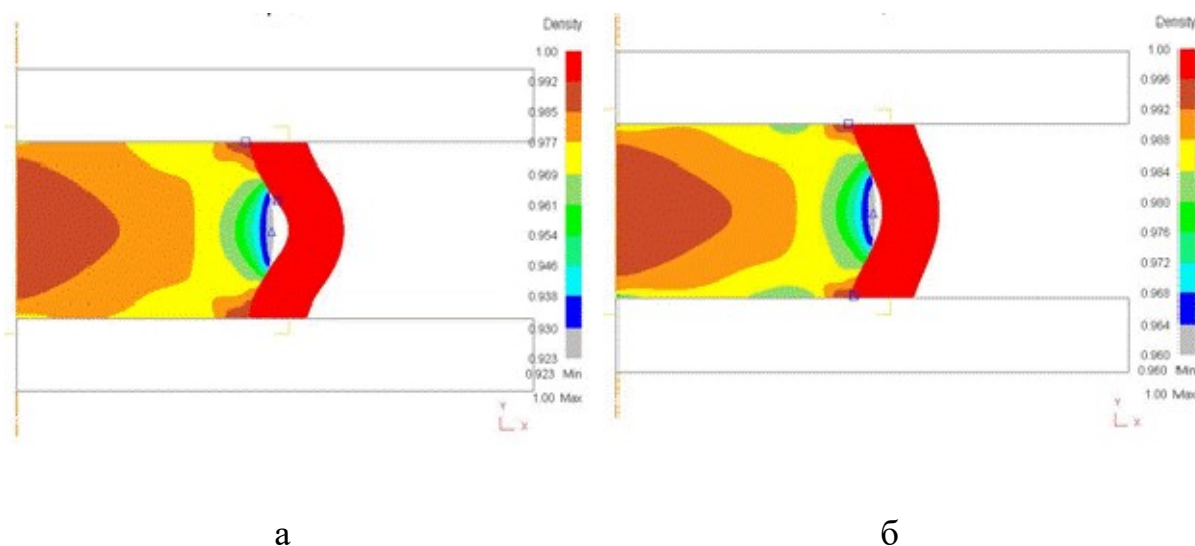


Рисунок 5.11 – Розподіл відносної щільності по об’єму пресовки з різним об’ємом пор перед куванням: а – 12 %, б – 7 %

Враховуючи відмінність процесу деформації порошкового тіла залежно від вихідного об’єму пор, було проведено моделювання процесу кування порошкових заготовок після осадки (рис. 5.12).

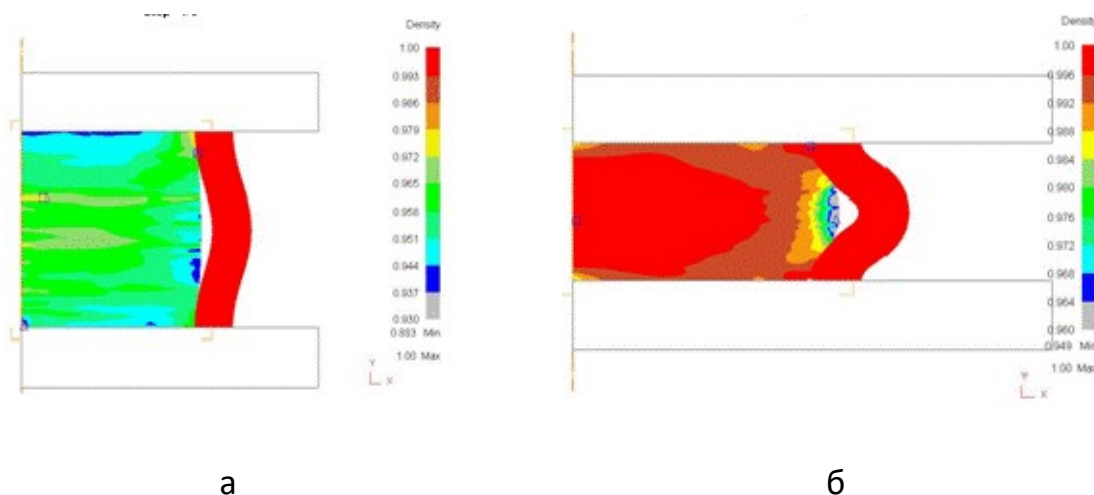


Рисунок 5.12 – Розподіл відносної щільності по об’єму пресовки: а – після осадки, б – після кування

Встановлено, що після осадки об'єм пор становить не більше 3 – 4 %, відповідно гаряче кування такої заготовки забезпечує практично 100 % щільність з незначною пористістю на периферії заготовки (рис. 5.12 б).

5.3 Отримання порошкових об'єктів термдеформаційним обробленням

Одним з перспективних порошкових об'єктів, що можуть використовуватись в якості зносостійких виробів є сплави системи Ti – Fe – C. Дані сплави при взаємодії титану та вуглецю з утворенням TiC, є аналогом карбідосталей, що володіють комплексом високих властивостей твердості та зносостійкості. Однак, застосування твердого карбиду титана в суміші із залізом обмежує тиски пресування і ускладнює процеси ущільнення сумішей, особливо з великим вмістом карбиду. Тому використання однокомпонентних порошків, що мають високу пластичність і здатність до ущільнення, дозволяє синтезувати карбід титану під час термдеформаційної обробки *in situ*. Враховуючи попередні дослідження стосовно впливу кількості графіту при ущільненні порошкових матеріалів на основі заліза, було створено суміш наступного складу, %: Fe – 86,0, Ti – 10,0, графіт – 4,0. Формування пресовок масою 8,0 г проводилось у прес-формі діаметром 10,0 мм на гідравлічному пресі при тисках від 200 до 700 МПа (рис. 5.13).

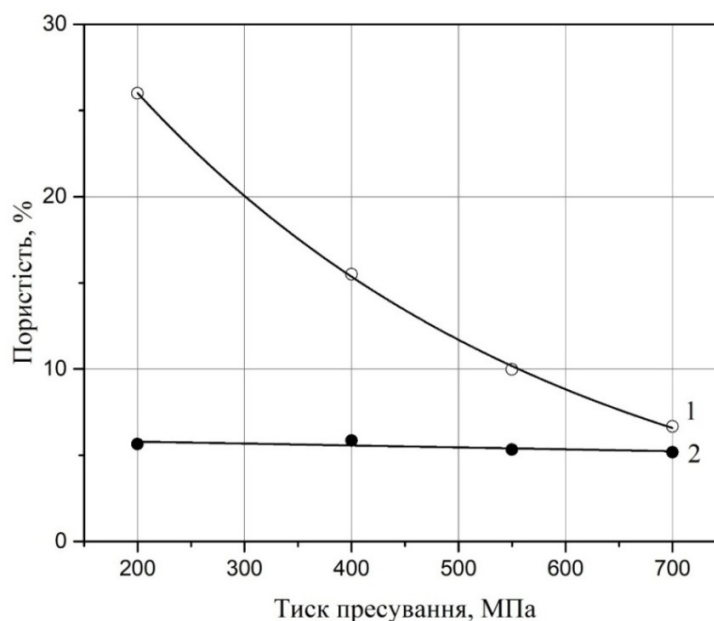


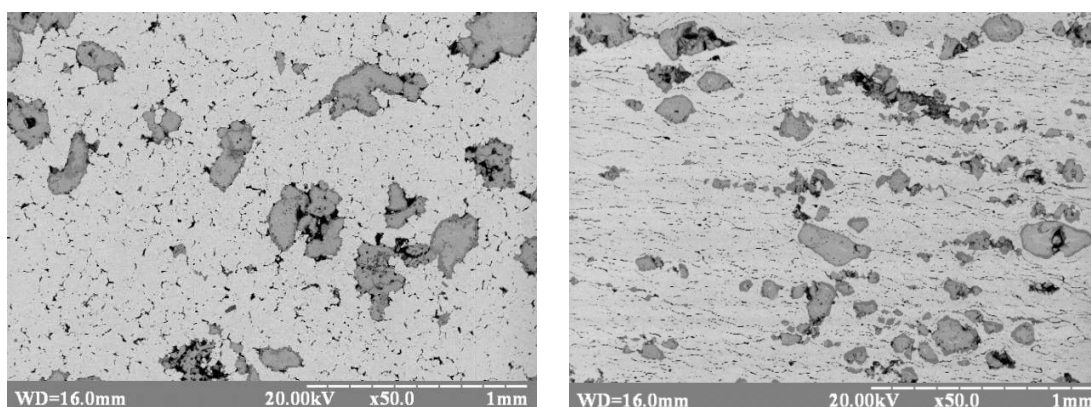
Рисунок 5.13 - Залежність пористості пресовок на основі Fe-Ti-C від тиску пресування: 1 – після пресування, 2 після пресування та допресування при 700 МПа

Частину пресовок піддавали допресовці при тиску 700 МПа з метою підвищення щільності та міцності. Результати пресування показали, що пористість закономірно знижується із підвищенням тиску з 26 до 7 % (рис. 5.13, крива 1). Допресовка забезпечила пористість близько 6 %, тобто первинне пресування при тиску 700 МПа, дозволило отримати високу щільність даної порошкової суміші, що обумовлено високим вмістом графіту. Проте, як показали попередні результати допресовки заліза із вмістом графіту 4,0 %, повторне пресування забезпечує збільшення міцності сирих пресовок. Процес спікання проводили у не повністю герметизованому контейнері, при температурах від 1000 до 1050 °C з витримкою в 1 годину. Спікання привело до збільшення пористості на 2-3 %, що обумовлено утворенням карбіду титану в умовах твердофазного

спікання, тиск кристалізації якого спричиняє збільшення лінійних розмірів брикетів і як наслідок значень пористості.

Гаряче кування брикетів проводили при температурі 1100 °С, витримуючи брикети в засипці із деревного вугілля протягом 15 - 20 хв [307, 308]. Слід зазначити, що процес кування в системи Fe – Ti – C супроводжується екзотермічним характером утворення карбіду титану, що забезпечує можливість більш тривалого часу кування брикетів до моменту їх охолодження.

Аналіз мікроструктури сплаву показує, що матеріал складається із сталевої матриці та розподілених по об'єму включень титану (рис. 5.14).



а

б

Рисунок 5.14 – Мікроструктура сплаву Fe (86%)–Ti(10%)–C(4%): а – після спікання при 1050 °С, б – після спікання та гарячого кування при 1100 °С

Варто відмітити наступну особливість мікроструктури, для неї характерна так звана модель core-shell (ядро-оболонка), а саме зерно титану знаходиться в оточенні прошарку карбіду титану. Така структура характерна для більшості фаз утворених реакційним методом, оскільки фазоутворення процес не стаціонарний за термодинамікою і вимагає як

підведення температури так і часових витримок. Прошарок карбіду титану, а саме його величина, лімітується дифузійними процесами, атомам вуглецю стає більш складно проникати через прошарок вже утвореного карбіду титану. (рис. 5.15, табл. 5.6).

Слід зазначити, що температурні режими вносять суттєвий вклад у формування структури. Так при збільшенні температури, зростає відносна товщина прошарку з карбіду титану з 5 – 10 мкм до 10 – 15 мкм (рис. 5.16 а, б), що цілком узгоджується, з природою дифузійних процесів.

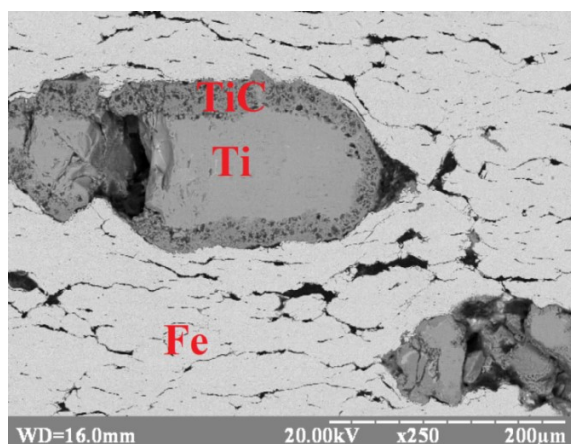


Рисунок 5.15 - Локальний рентгеноспектральний аналіз кованого зразку

Таблиця 5.6 – Енергодисперсійний точковий аналіз

Точка	Ti, %	Fe, %
1	99.66	0.34
2	99.11	0.89
3	0.26	99.74

Проведення гарячого кування при температурі 1100 °С збільшує товщину прошарку до 25 – 30 мкм (рис. 5.16 в). Температурні режими кування дозволяють керувати дифузійними процесами та повнотою проходження реакцій утворення карбіду титана.

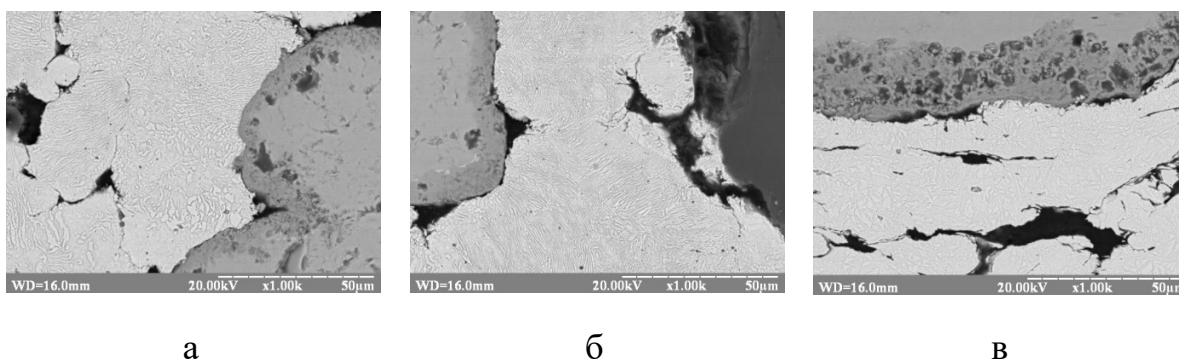


Рисунок 5.16 - Мікроструктура сплаву Fe (86%)–Ti(10%)–C(4%): а – після спікання при 1000 °С, б – після спікання при 1050 °С, в – після спікання та гарячого кування при 1100 °С

Отримана гетерофазна структура дозволяє основну частину ударного та абразивного навантаження локалізувати на комплексних включеннях Ti – TiC. В свою чергу пластична сталева матриця, буде виступати своєрідним демпфером для гасіння напружень, які виникають під час тертя. Зрозуміло, що отримані матеріали не можуть конкурувати за своїми властивостями по зносостійкості з керметами чи керамікою. Однак в своєму класі матеріалів карбідосталі Fe – Ti – C займають досить високе положення і мають значно меншу ціну ніж керамічні матеріали при більш високій міцності і пластичності.

Дослідження твердості зразків показало, що отримані вільним спіканням мають твердість на рівні від 60 - 65 HRB (табл. 5.7). Вільне гаряче кування зразків збільшує твердість матеріалу до 80 - 87 HRB, гартування у воду після кування приводить до збільшення твердості до 104 – 109 HRB (16 – 18 HRC)

Таблиця 5.7 – Твердість зразків після спікання та гарячого кування

№	Режими	Твердість HRB
1	Спечений $T=1000^{\circ}\text{C}$	60-61
2	Спечений $T=1050^{\circ}\text{C}$	63-65
3	Спечений $T=1050^{\circ}\text{C}$ та кований $T=1100^{\circ}\text{C}$	85-87
4	Спечений $T=1050^{\circ}\text{C}$ та кований $T=1100^{\circ}\text{C}$ і гарт	104-109

Збільшення твердості після кування можна пояснити тим, що під час даної операції відбувається утворення цементиту, за рахунок зовнішньої дифузії вуглецю із засипки, що підтверджується результатами рентгенофазового аналізу. (рис. 5.17).

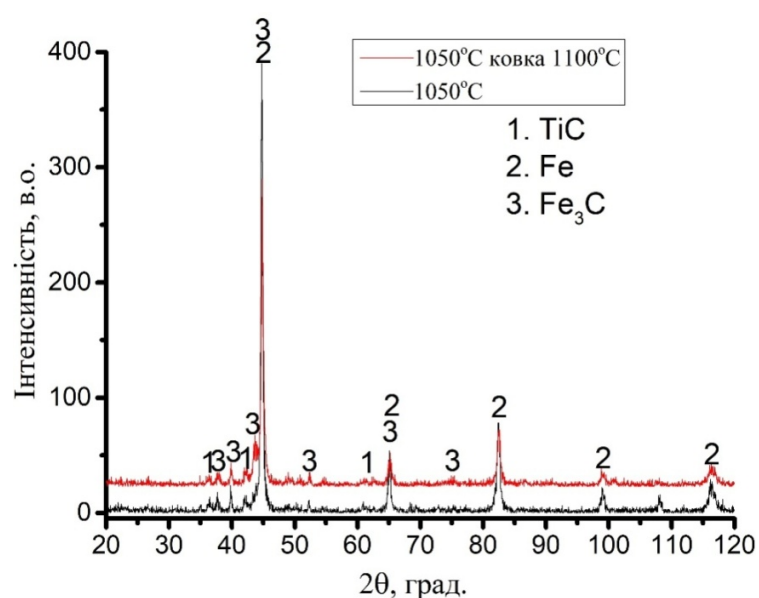


Рисунок 5.17 – Спектри рентгенівської дифракції сплаву Fe (86%)–Ti(10%)–C(4%) після спікання та гарячого кування: 1 – TiC; 2 – Fe; 3 – Fe₃C

Дослідження механічних властивостей зразків сплаву Fe (86%)–Ti(10%)–C(4%) на стиснення показало, що вільне кування приводить до збільшення міцності при збереженні пластичності (рис. 5.18, табл. 5.8).

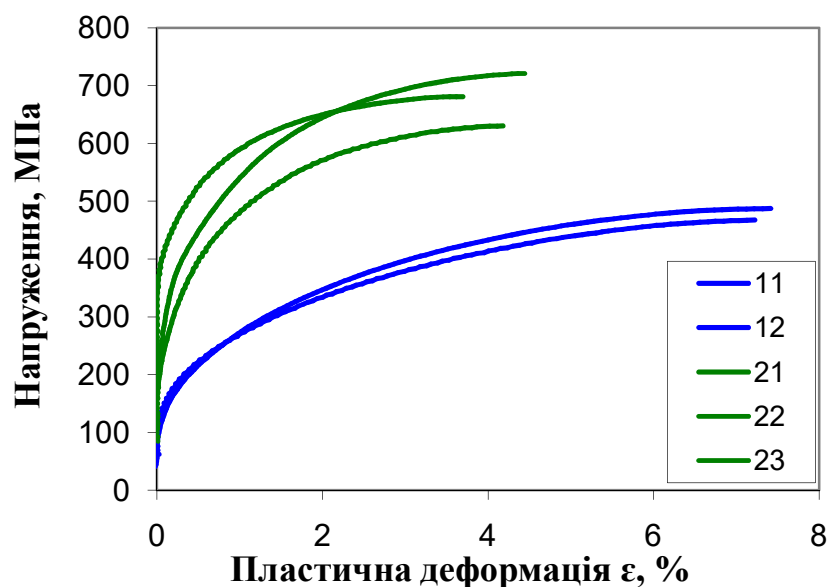


Рисунок 5.18 – Діаграма напруження – деформація спечених та кованих зразків сплаву Fe (86%)–Ti(10%)–C(4%): 11, 12 – спечені, 21, 22, 23 – спечені та ковані

Таблиця 5.8 – Механічні властивості матеріалів на основі сплаву Fe (86%)–Ti(10%)–C(4%)

Режим	№	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_{ст}$	ϵ
		МПа	МПа	
Спінання	11	166,5	487,2	0,08
	12	179,0	467,3	0,07
Спінання та кування	21	364,2	720,8	0,05
	22	454,8	680,9	0,04

Збільшення міцності кованих зразків на 65 – 70 % обумовлено деформаційним зміцненням, що призводить до значного збільшення мікронапружень в матеріалі, що визначає показники міцності та твердості.

Якщо проаналізувати мікронапруження в кожній з фаз (табл. 5.9) можна побачити, що напруження мають характер стиснення, величина стискаючих напружень після кування на декілька порядків вище ніж після вільного спікання. Суттєве збільшення мікронапружень визначається складним характером деформації зразку при вільному куванню.

Таблиця 5.9 – Фазовий склад та напруження у фазових складових

Режим	Фазовий склад, %			Розмір кристалітів Å			Напруження в фазі, МПа		
	Fe	TiC	Fe ₃ C	Fe	TiC	Fe ₃ C	Fe	TiC	Fe ₃ C
Спікання при 1050 °C	82,2	12,82	-	261	293	-	-196±645	-164±671	-
Спікання при 1050 °C, та кування при 1100 °C	88	8,9	2,7	226	153	118	-1262±496	-690±228	817±328

Іншим об'єктом, що піддавали термдеформаційній обробці був сплав на основі заліза з добавками хрому (20 %) та кремнію (5 %), що є аналогом корозійностійких нержавіючих сталей. Для отримання даного сплаву суміш із порошків пресували при тиску 700 МПа та спікали у вакуумі при температурі 1300 °C одну годину. Після спікання було отримано однофазний матеріал з гомогенною структурою (рис. 5.19 а).

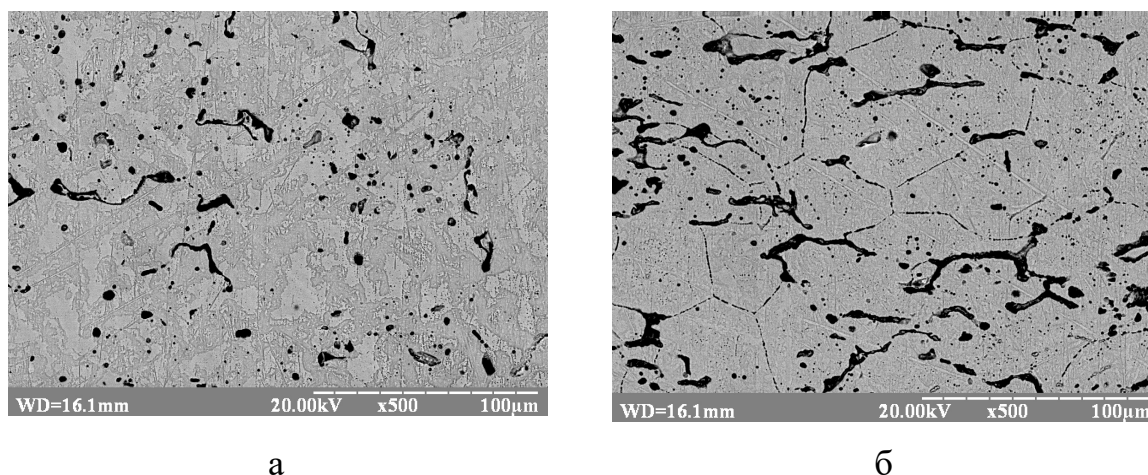


Рисунок 5.19 – Мікроструктура сплаву на основі залізу з добавками хрому (20 %) та кремнію (5 %): а – після спікання при 1300 °С, б – після спікання та кування при 1100 °С

Вільне гаряче кування спеченого гомогенного сплаву Fe(75 %) – Cr(20 %) – Si(5 %), що проводилась з температури 1100 °С, привела до утворення зеренної структури (рис. 5.19 б), що обумовлено процесами деформації в області $\gamma \rightarrow \alpha$ переходу згідно з діаграмою стану. При цьому, окремі ділянки збагачені хромом сприяють утворенню зон ковзання, що в умовах деформації при вільному куванні, приводить до утворення зеренної структури типу дуплексної сталі, які характеризуються високими значеннями корозійної стійкості та міцністю.

Проведення дюрOMETричних досліджень даного сплаву показало, що після спікання твердість матеріалу становить 85 – 87 HRB, після кування твердість зросла до 20 – 22 HRC, що обумовлено зміною структурного стану матеріалу.

Рентгенофазовий аналіз сплаву Fe(75 %) – Cr(20 %) – Si(5 %) показав, що вільне торцеве кування приводить до збільшення інтенсивності ліній порівняно із спеченим сплавом, при цьому сплав залишається однофазним (рис. 5.20).

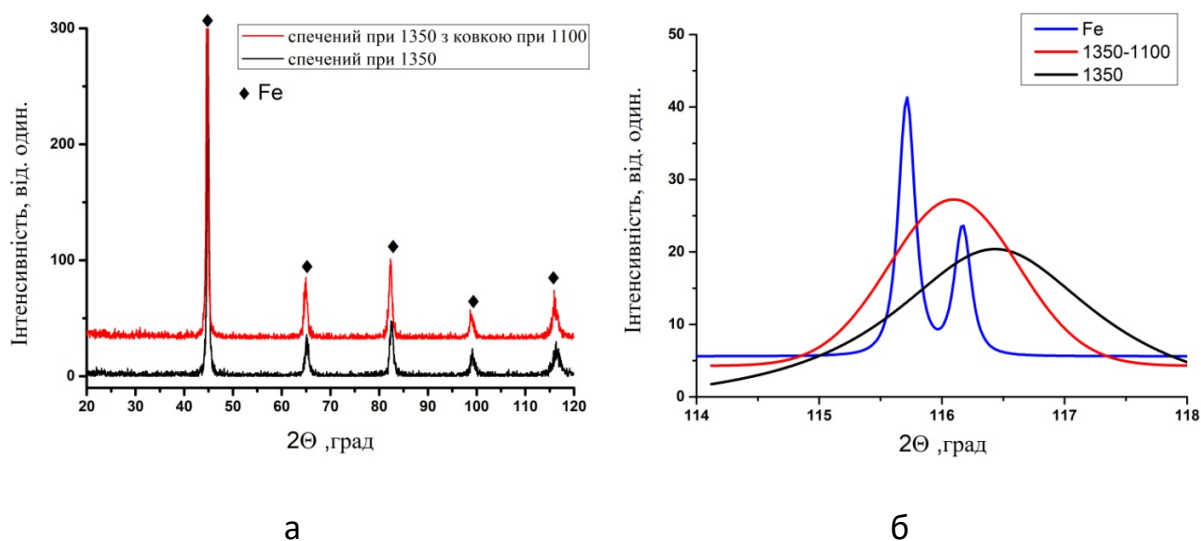


Рисунок 5.20 – Спекти рентгенівської дифракції сплаву після спікання та кування (а), часткове зображення лінії дифракції спеченого та кованого сплаву та порівняння їх із залізом (б)

Одним із порошкових об'єктів, що піддавали термодетформаційній обробці були металосклокермети на основі заліза, оксида алюмінію та скла. Дані матеріали можуть використовуватись в якості фрикційних матеріалів, що мають високу стійкість до зношування завдяки твердим включенням Al_2O_3 та скла, вміст яких складав 10 % кожного. Враховуючи високу твердість та абразивну здатність оксиду алюмінію та скла, дана суміш має малу ущільненість в умовах статичного пресування. Тому для створення високо щільних металосклокерметів необхідно застосовувати спеціальні методи термодетформаційної обробки до яких відноситься вільне кування.

Пресовки із суміші (Fe – 80 % + Al_2O_3 – 10 %, + скло – 10 %), які пресували у роз'ємній прес-формі при 700 МПа із добавками тваринного жиру, нагрівали у контейнері протягом 1 години перед куванням при температурах 1000 та 1100 °С. Структура матеріалів після кування представляє собою залізну матрицю із включеннями оксиду алюмінію в оточені скляної фази (рис. 5.21).

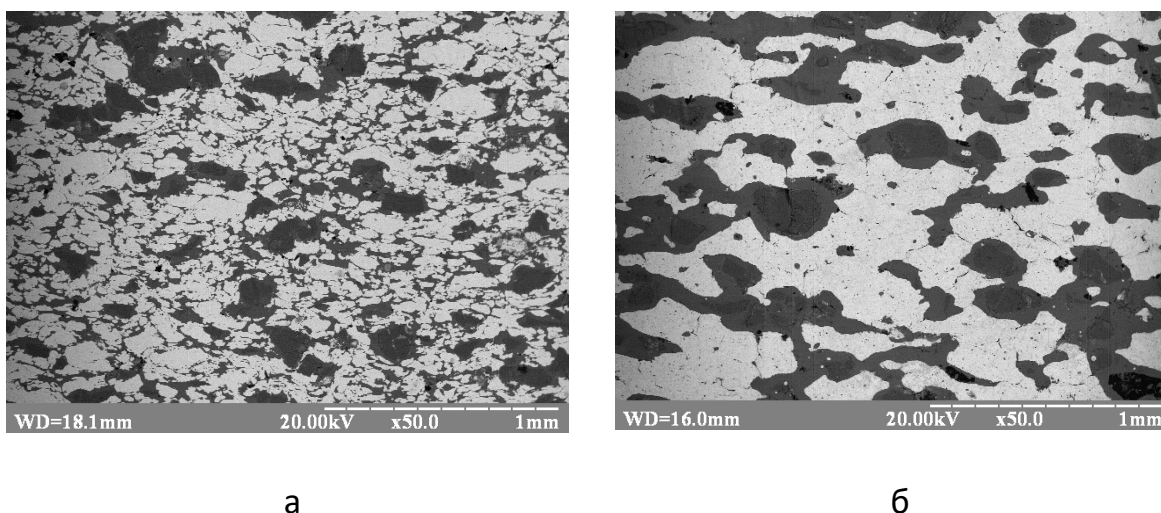


Рисунок 5.21 – Структура металосклокермету на основі Fe – 80 % + Al_2O_3 – 10 %, + скло – 10 %: а – після кування при нагріві 1000 °C, б – після кування при нагріві 1100 °C

Результати локального рентгеноспектрального аналізу показали часткове розподілення кремнію у залізній матриці, що обумовило збільшення твердості матеріалу. Твердість спечених матеріалів складає 65 – 70 HRB після кування при температурі 1000 °C та 87 – 90 HRB після кування при температурі 1100 °C.

Враховуючи попередні результати вільної осадки багатошарових зразків з різним вмістом вуглецю, було проведено їх вільне гаряче кування. При цьому проводили кування як при твердофазній взаємодії складових, так і у присутності рідкої фази. Для цього пресували тришарові брикети у нероз'ємній прес-формі при тиску 700 МПа із різним вмістом графіту: 1,6 % - зовнішні шари та 4,0 % - середній шар. Отримані пресовки нагрівали під кування у контейнері із засипкою з деревним вугіллям при температурах 1100 і 1200 °C протягом 1 години. Структура багатошарових зразків нагрітих при температурі 1100 °C складається із двох характерних структур залежно від вмісту вуглецю: структура зовнішніх шарів відповідає

структурі перліту, у середнього шару структура відповідає структурі заевтектоїдної сталі (рис. 5.22)

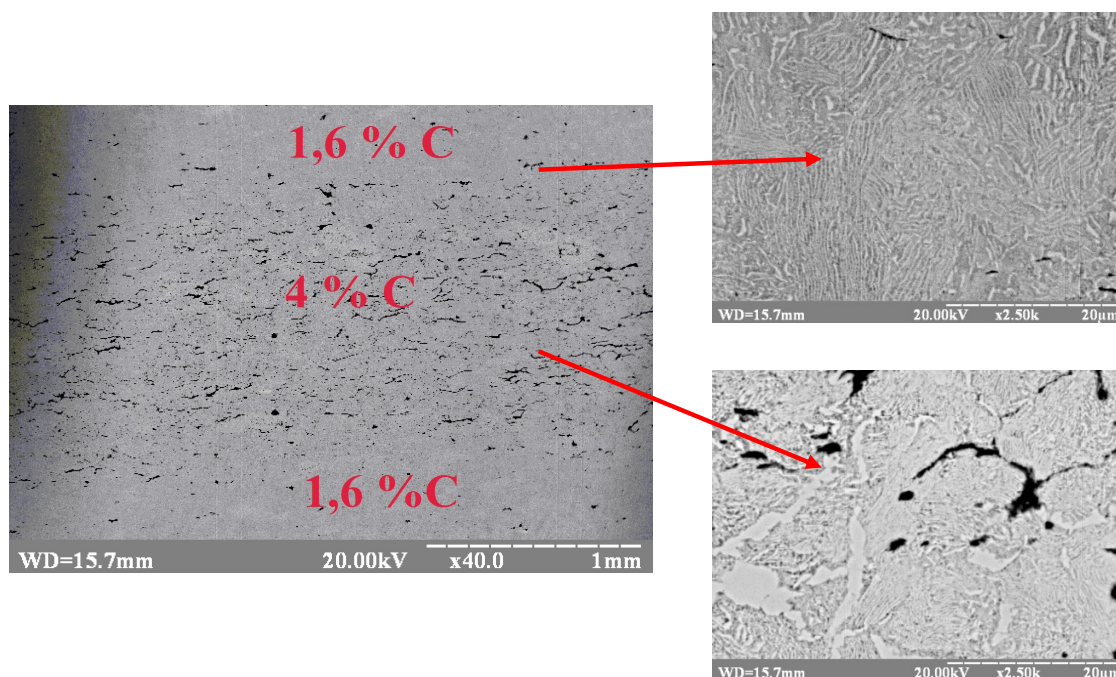


Рисунок 5.22 – Структура тришарових зразків після кування при 1100 °C

Вільне гаряче кування тришарових зразків при температурі 1200 °C приводить до більш повної взаємодії в системі залізо – вуглець. Так, зовнішні шари відповідають структурі заевтектоїдної сталі, структура центральної частини відповідає структурі доевтектичного чавуну, що обумовлено процесами рідкофазної взаємодії (рис. 5.23). Слід зазначити, що за температур рідкофазного спікання зразки деформуються із більшим ступенем деформації при меншій кількості ударів на відміну від кування в умовах твердофазної взаємодії, що обумовлено різною пластичністю брикетів.

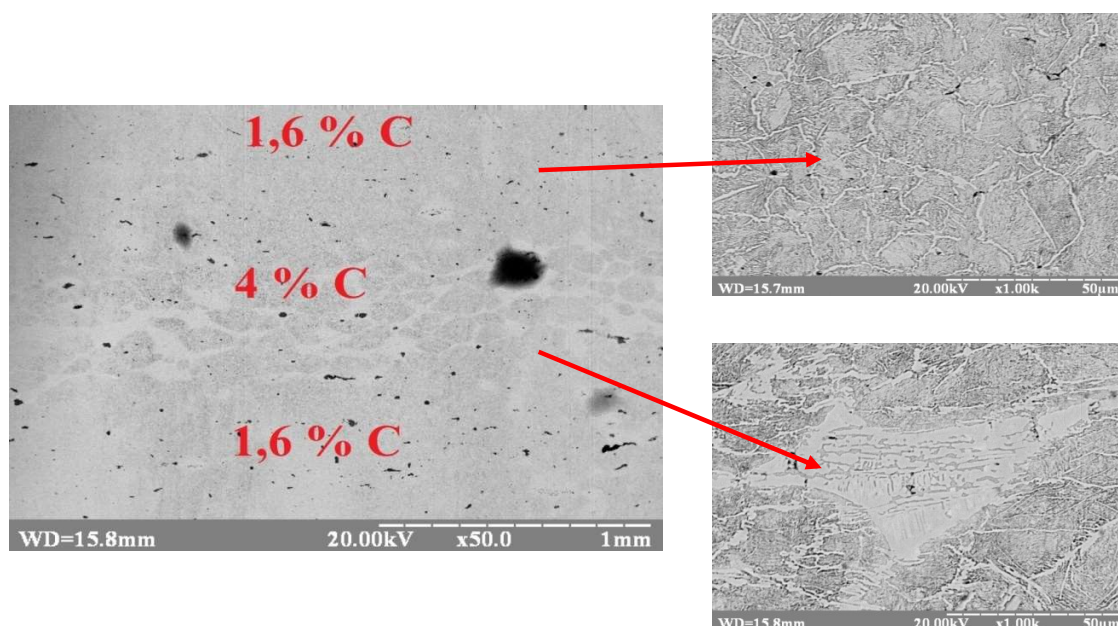


Рисунок 5.23 – Структура тришарових зразків після кування при 1200 °С

Мікротвердість зразків відрізняється залежно від вмісту вуглецю в шарі і температури термодформаційної обробки (табл. 5.10). Вільне гаряче кування в присутності рідкої фази приводить до збільшення мікротвердості до 4,0 ГПа, що обумовлено утворенням в середніх шарах тришарових брикетів доєвтектичного чавуну.

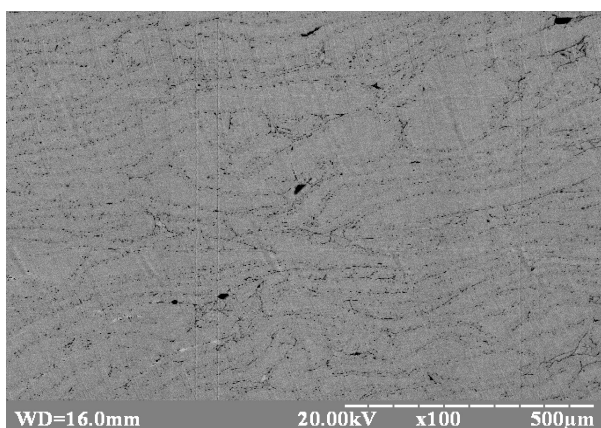
Таблиця 5.10 – Мікротвердість багатошарових зразків після гарячого кування

Розташування шару	Мікротвердість, ГПа	
	Кування з температури 1100 °С	Кування з температури 1200 °С
Зовнішні	1,5	2,5
Середній	3,1	4,0

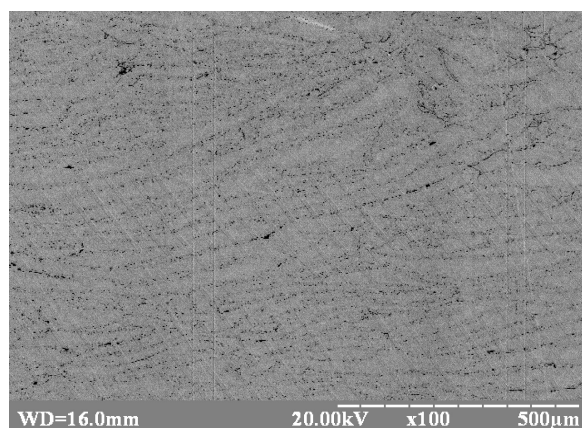
5.4 Створення композиційних матеріалів із відходів металообробки термдеформаційним обробленням

Створення композитів із стружки шарикопідшипникової сталі ШХ-15 є перспективним напрямком досліджень, що обумовлено низькою вартістю металевих відходів. Основними проблемами при виробництві таких матеріалів є складність забезпечення однорідного складу через домішки інших металів та отримання беспористого стану. При проведенні попередніх операцій очистки стружки та її відсіву є можливість отримання високо щільних однорідних матеріалів термдеформаційною обробкою методом вільної гарячої кування.

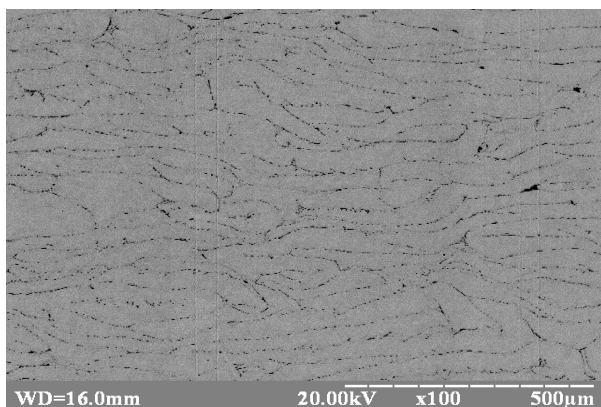
Отримували пресовки із відпаленої стружки сталі ШХ-15, яку пресували при тисках 200 – 700 МПа, при цьому об'єм пористості складав від 50 до 35 %. Допресовка стружки при тиску 700 МПа не забезпечила суттєвого зменшення пористості нижче 23 – 25 %, що обумовлено формою частинок стружки. Тому, крім допресовки, спресовані із стружки ШХ-15 брикети піддавали іншим видам обробки перед вільним куванням: спіканню та вільній осадці [309]. Торцеве вільне гаряче кування проводили шляхом нагріву брикетів у контейнері із засипки з деревного вугілля при температурі 1100 °С протягом 15 – 20 хвилин, частину зразків без попередньої обробки нагрівали протягом 1 години. Мікроструктура матеріалів після вільної торцевої ковки залежно від різних видів попередньої обробки наведена на рисунку 5.24.



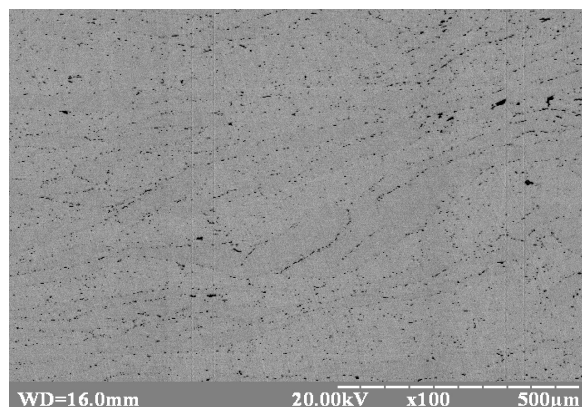
а



б



в



г

Рисунок 5.24 – Структура матеріалів із стружки ШХ-15 після вільного гарячого кування: а – попереднє допресування та осадження; б – попереднє допресування та спікання; в – попереднє допресування, спікання та осадження; г – попереднє допресування

Слід зазначити, що структура матеріалів після гарячого кування не має принципових відмінностей залежно від попереднього виду обробки, хоча більш виражена текстура шарів спостерігається для зразків, що піддавали вільній осадці (рис. 5.24 а, в). Це обумовлено тим, що вільна осадка прибирає частину пор, це визначає більш ефективну роботу деформації в процесі гарячого кування.

Дослідження фізико-механічних характеристик матеріалів на основі стружки після вільного гарячого кування показало їх відмінність залежно від видів попередньої обробки (табл. 5.11, 5.12, рис. 5.25). Більш високу твердість та міцність при стисненні мають зразки, які піддавали попередній вільній осадці: твердість знаходиться в межах від 90-92 HRB до 14-16 HRC, а міцність при стисненні від 1450 до 1670 МПа, залежно від того, чи проводилось спікання перед осадкою.

Таблиця 5.11 – Твердість матеріалів на основі стружки ШХ-15 після вільного гарячого кування залежно від видів попередньої обробки

Вид попередньої обробки	Твердість, HRB
Допресовка при 700 МПа та осадження	90-92
Допресовка при 700 МПа та спікання при 1100 °С	82-84
Допресовка при 700 МПа, спікання при 1100 °С та осадження	14-16 (HRC)
Допресовка при 700 МПа	82-84

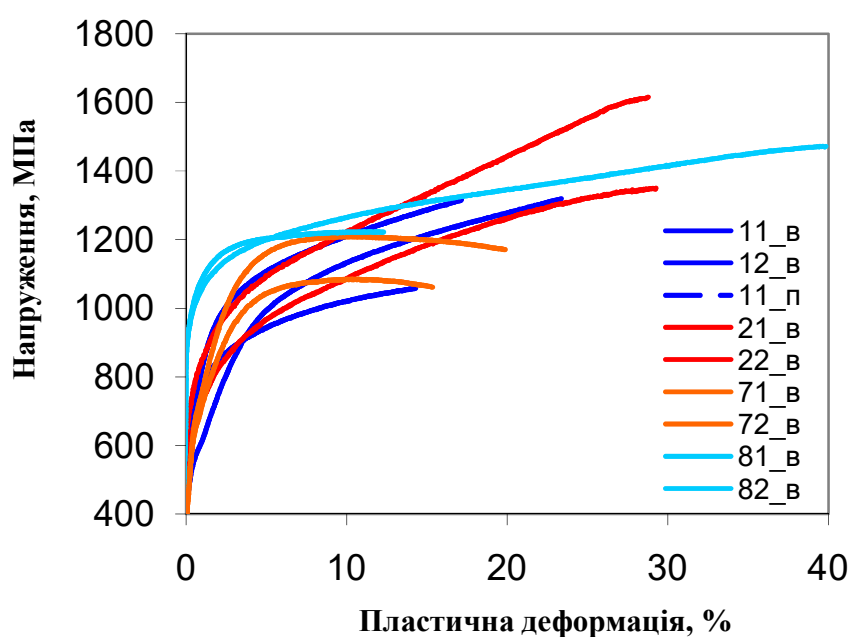


Рисунок 5.25 – Діаграма напруження – деформація матеріалів на основі стружки ШХ-15 після вільного гарячого кування

Таблиця 5.12 – Міцність матеріалів на основі стружки ШХ-15 після вільного гарячого кування залежно від видів попередньої обробки

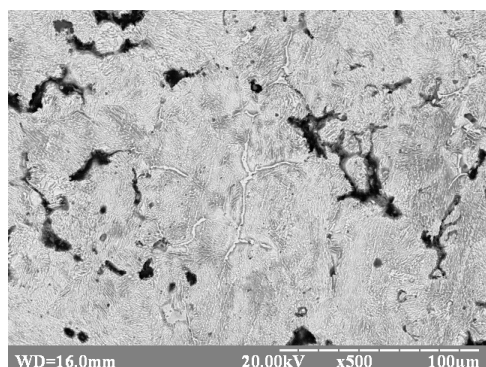
Вид попередньої обробки	№ обр.	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа	σ_B , МПа	Деформація, %
Допресування при 700 МПа та спікання при 1100 °С	12_в	492	617	1414	26,2
	11_п	386	485	1432	33,4
Допресовка при 700 МПа, спікання при 1100 °С та осадження	21_в	393	677	1451	29,3
	22_в	564	699	1615	28,8
Допресування при 700 МПа	71_в	351	508	1272	20,1
	72_в	365	485	1378	22,5
Допресування при 700 МПа та осадження	81_в	819	945	1687	29
	82_в	871	943	1471	39,8

Більш високі значення механічних властивостей у зразків, що піддавали попередній вільній осадці пов'язане з тим, що осадка приводить до зниження пористості матеріалів до 10 % (на відміну від 20 % після допресовки). Більшого зниження пористості матеріалів на основі стружки після осадки досягти не вдається через значну деформацію у радіальному напрямку, що приводить до суттєвого збільшення діаметру при зменшенні висоти, відповідно значного зменшення об'єму не відбувається. Проте, зменшення вдвічі пористості після осадки забезпечує кращу деформацію зразків при вільному торцевому куванні. В цьому випадку, робота деформації практично не витрачається на деформацію пор, малий об'єм загальної пористості забезпечує їх зварювання при гарячому куванні. Це підтверджується тим, що після гарячого кування, не залежно від виду попередньої обробки, пористість складає 1-2 %, проте відмінність меж при стисненні та межі плинності зразків після осадки становить 20 – 25 %. Слід відзначити, також, що вільне гаряче торцева кування не приводить до принципової анізотропії властивостей, що підтверджується результатами вимірювання міцності як у напрямку кування, так і у перпендикулярному напрямку (табл. 5.12). При цьому проведення вільного гарячого кування забезпечує властивості, що не поступаються зразкам які попередньо піддавали спіканню.

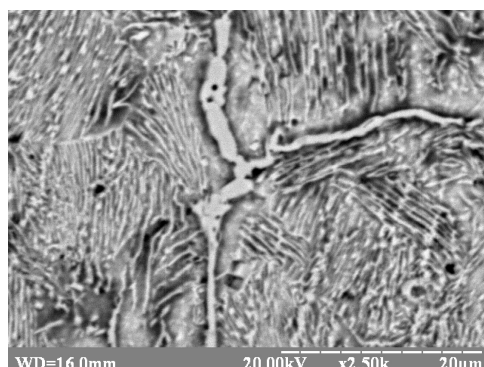
Наступним етапом було створення композитів на основі відходів стружки ШХ-15 методом вільного гарячого кування. Для цього до стружки додавали 50 % залізного порошку або суміші із залізного порошку з добавками графіту 4 %. Зразки готували за аналогічними схемами із використанням процесів допресовки та вільної осадки.

Структура матеріалів із сумішей порошку та стружки представляє собою структуру заевтектоїдної сталі: перліту та вторинного цементиту (рис. 5.26). При цьому вільне гаряче кування приводить до подрібнення

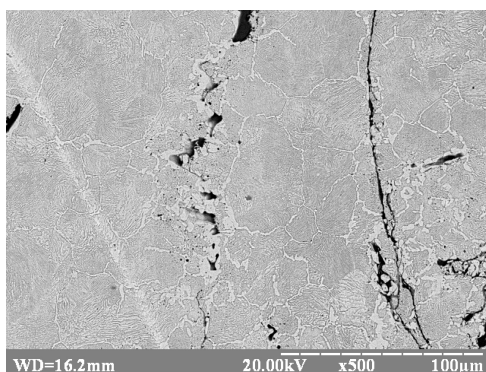
зерен та стоншення цементитної сітки, за механізмами, що описані у розділі 5.1.



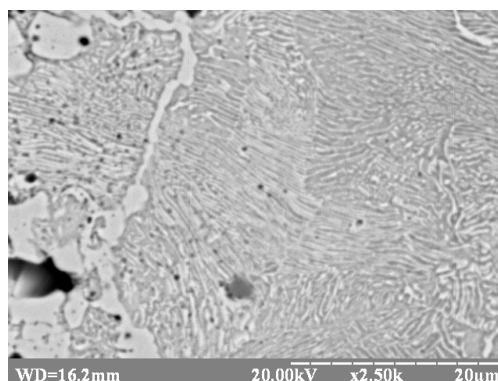
а



б



в



г

Рисунок 5.26 – Мікроструктура матеріалів на основі суміші стружки ШХ-15 та залізного порошку з графітом: а, б – перед куванням, в, г – після гарячого кування

Дослідження механічних характеристик матеріалів на основі суміші стружки ШХ-15 та залізного порошку після вільного гарячого кування, як і у випадку термомеханічної обробки однієї стружки, показало їх відмінність залежно від видів попередньої обробки (табл. 5.13, 5.14). При цьому було порівняно допресовку у жорсткій прес-формі та вільну осадку. Встановлено, що попередня деформація, в обох випадках, перед гарячим куванням підвищує міцність та твердість матеріалів. Допресовка брикетів

на основі суміші у жорсткій матриці приводить до значень міцності 1400 – 1750 МПа, у випадку вільної осадки міцність складає 1320 – 1610 МПа, що обумовлено тим, що при допресовці пористість зменшується до 5-7 %, що менше ніж після вільної осадки. Відповідно при допресовці без зсувних деформацій спостерігається більш високе зміцнення в результаті наклепу і значне зменшення пластичності (табл. 5.13). Зниження пластичності підтверджують і результати вимірювання твердості, твердість в обох випадках збільшується до 16 – 20 HRC (табл. 5.14).

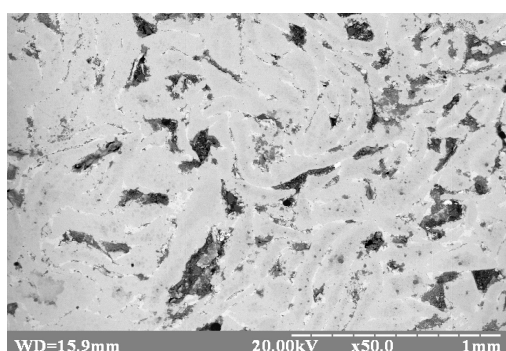
Таблиця 5.13 – Міцність матеріалів на основі суміші стружки ШХ-15 та порошку заліза після вільного гарячого кування залежно від видів попередньої обробки

Вид попередньої обробки	№ обр.	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа	σ_B , МПа	Пластичність, %
Спікання 1100 °С допресовка	31	844	967	1284	5,8
	32	747	925	>1747	>15,9
	33	1007	1093	1414	10,2
Спікання 1100 °С	41	277	344	1292	31,8
	42	207	288	1222	31,2
	43	215	339	1024	32,0
Спікання 1100 °С, осадка	51	663	717	1520	25,9
	52	494	572	1318	28,7
	53	699	806	1610	26,8
Нагрів під кування 30 хвилин	61	557	664	>1425	>20,5
	62	353	441	1173	29,3
	63	339	421	1328	29,4

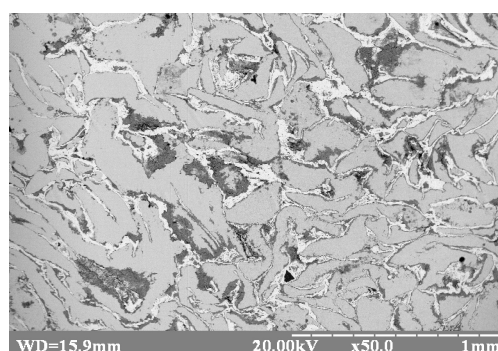
Таблиця 5.14 – Твердість матеріалів на основі суміші стружки ШХ-15 та залізного порошу після вільного гарячого кування залежно від видів попередньої обробки

Вид попередньої обробки	Твердість, HRB	Твердість, HRC
Співання 1100 °С та допресування	-	16-18
Співання 1100 °С	88-90	-
Співання при 1100 °С та осадження	-	18-20
Нагрів під кування 30 хвилин	87-90	-

Іншим варіантом створення матеріалів на основі стружки ШХ-15, що забезпечує пластичність стружки для наступної деформації, є введення міді шляхом її нанесення на стружку методом хімічного осадження за методикою описаною у розділі 2. Таким чином було отримано брикети, що піддавали вільному гарячому куванню без попередньої допресовки або осадки, структура яких наведена на рисунку 5.27. В результаті було отримано матеріали, що мають 93 - 95 HRB



а



б

Рисунок 5.27 – Структура матеріалів на основі стружки ШХ-15 плакованою міддю: а – перед куванням, б – після кування

Отримані результати показали, що вільне гаряче торцеве кування порошкових брикетів на основі відходів металообробки шарикопідшипникового виробництва, приводить до створення матеріалів з високими значеннями міцності та твердості, що обумовлено процесами деформаційного зміцнення та процесами гартування під час кування. Слід зазначити, що для даного класу матеріалів необов'язкове проведення попереднього спікання, цілком достатньо нагріву під кування, що спрощує технологічний процес отримання порошкових матеріалів на основі відходів металообробки.

5.5 Вплив поверхневої термічної обробки на структуру та твердість залізграфітових матеріалів

Одним з ефективних методів підвищення якості залізвуглецевих сплавів, які використовуються як конструкційні матеріали є поверхнева термічна обробка [310]. Поряд з легуванням і модифікуванням вона дозволяє істотно підвищити фізико-механічні характеристики сплавів. У більшості випадків термічна обробка підвищує рівень експлуатаційних характеристик матеріалів більш ніж на 50% зі значним техніко-економічним ефектом. Обробка висококонцентрованими потоками енергії дозволяє вирішувати задачу локальної термічної обробки деталі, оскільки з їх допомогою можна інтенсивно передавати енергію у вибрані ділянки матеріалу, в яких потрібно місцево підвищити твердість і зносостійкість [311]. До таких методів відносяться нагрів за допомогою лазера, електричної дуги, плазми, нагріву з використанням ксенонових ламп та електронного променя [312]. Перевагою електронно-променевого нагріву є можливість плавно та в широких межах змінювати потужність тепла, що закладається, а також конфігурацію зони нагріву.

Дослідження процесу поверхневого зміцнення спечених та кованих порошкових сплавів системи залізо – вуглець проводилось шляхом застосування електронно-променевої обробки в установці «ЭЛА-6» [313].

Дослідження мікротвердості, з різною кількістю вуглецю, показав, що найбільшу мікротвердість мають зразки із вмістом 3,5 та 4,5 %, тобто ті, що відповідають області чавунів, відповідно їх мікротвердість складає 5,3 та 6,5 ГПа відповідно (рис. 5.26). Дослідження мікротвердості по глибині зразків, з різною кількістю вуглецю, показав, що глибина зміцненого шару практично для всіх, складає біля 2 мм. Поступово мікротвердість починає знижуватись до 3,1 та 4,2 ГПа відповідно. Тобто, після поверхневого оброблення порошкових сплавів електронним променем мікротвердість на поверхні відрізняється в 1,5–1,7 разів від мікротвердості в середині зразка (рис. 5.28).

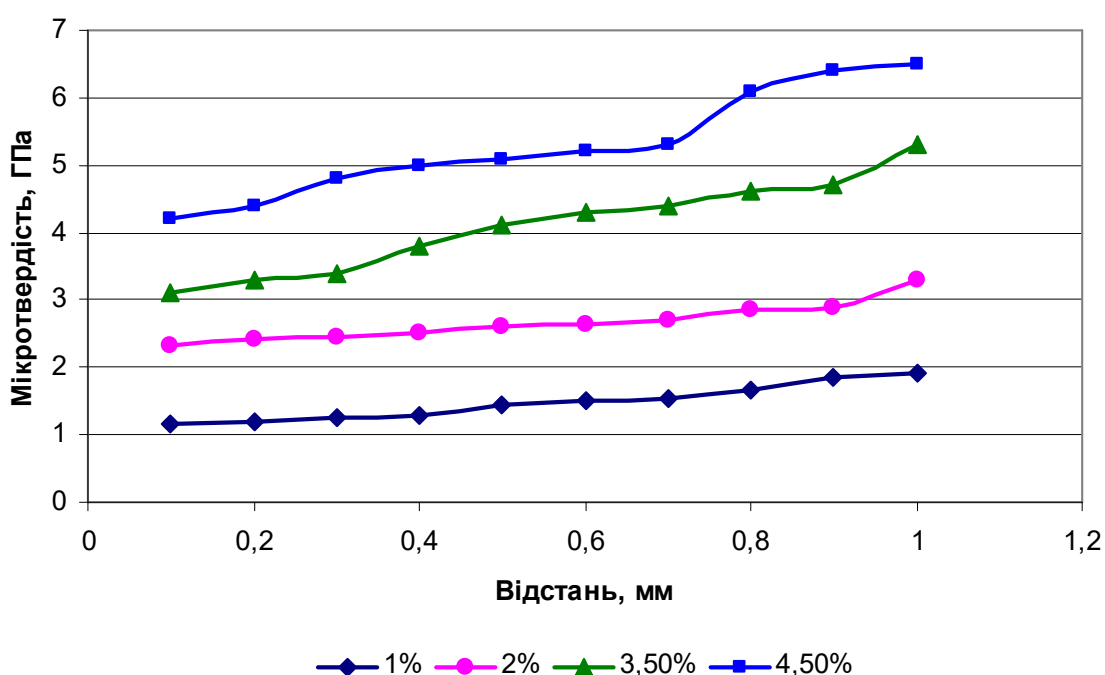


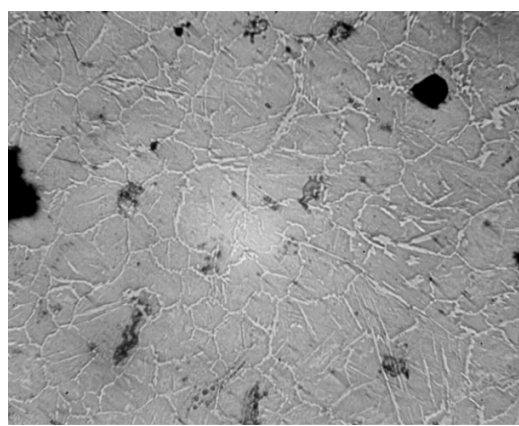
Рисунок 5.28 - Залежність мікротвердості пресовок на основі заліза з різним вмістом вуглецю по довжині зразка

Відмінність мікротвердості, як по перетину зразку, так і в залежності від вмісту вуглецю, говорить про структурну неоднорідність отриманих матеріалів. Структурна неоднорідність пов'язана з процесами, що відбуваються при електронно-променевому оплавленні, через великі швидкості нагріву і відсутності витримки при максимальній температурі.

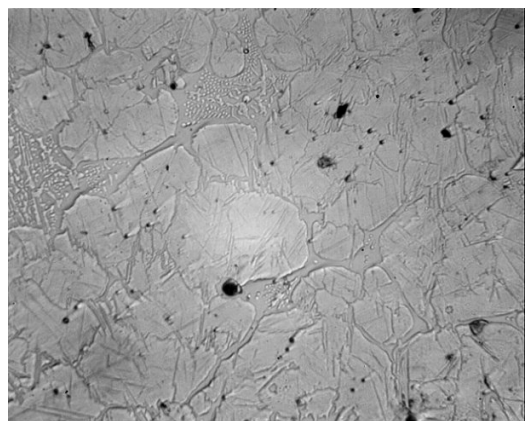
Так, металографічний аналіз зразків показав, що структура матеріалів після електронно-променевої обробки суттєво відрізняється в залежності від вмісту вуглецю (рис. 5.29).



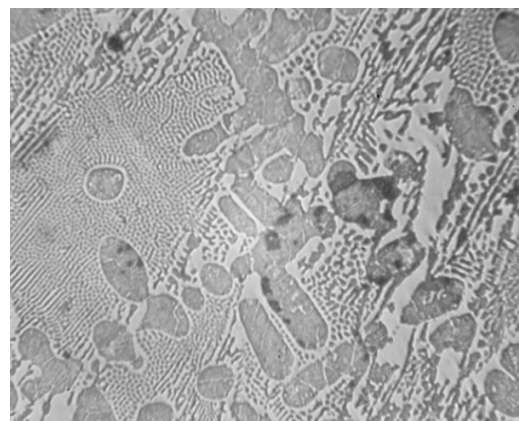
а



б



в



г

Рисунок 5.29 – Макроструктура спечених зразків з різним вмістом вуглецю: а – 1 %, б – 2 %, в – 3,5 %, г – 4,5 %

При вмісті вуглецю 1 та 2 % спостерігається типова структура заевтектоїдних сталей – зерна перліту оточені цементитною сіткою (рис. 5.29 б). При цьому спостерігається утворення мартенситних зерен, що говорить про гартування поверхні зразків внаслідок електронно-променевого опалвлення (рис. 5.29 а). Структура зразків із вмістом вуглецю 3,5% та 4,5 % відповідає структурі доевтектичних чавунів – спостерігаються дендриди перлітних зерен, що оточені евтектикою ледебурита (рис. 5.29 в, г).

Враховуючи, що найбільші значення мікротвердості спостерігаються при вмісті графіту 4,0 %, було досліджено вплив часу витримки зразків при поверхневому електронно-променевому обробленні [314]. Проведення електронно-променевого оброблення проводили в режимі, що забезпечував опалвлення поверхні зразків, тобто при температурі вище за 1147 °С (температура утворення легкоплавкої евтектики ледебуриту).

Результати дослідження мікротвердості показали, що максимальні значення мікротвердості спостерігаються за час витримки матеріалу 1 с, мікротвердість складає близько 4,5 ГПа (рис. 5.30). Збільшення часу витримки до 30 – 60 с призводить до зниження мікротвердості до 2,5 – 3,5 ГПа.

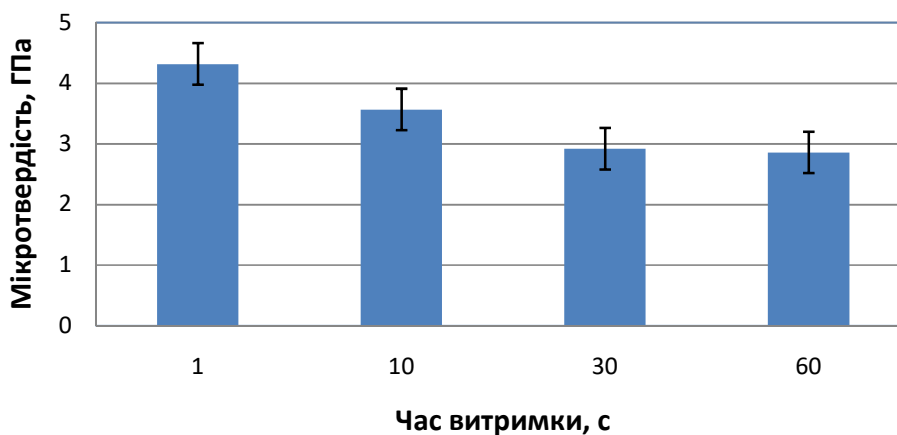
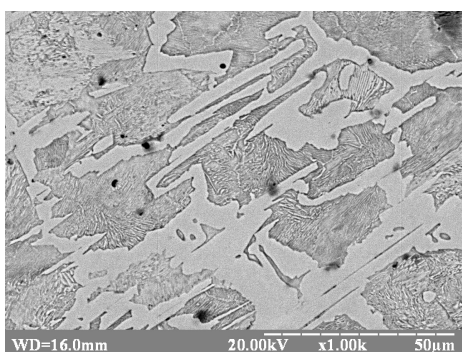
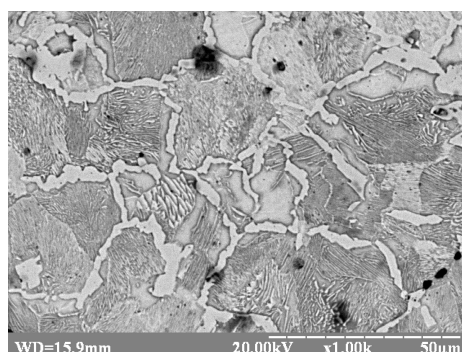


Рисунок 5.30 – Залежність мікротвердості матеріалу від часу витримки

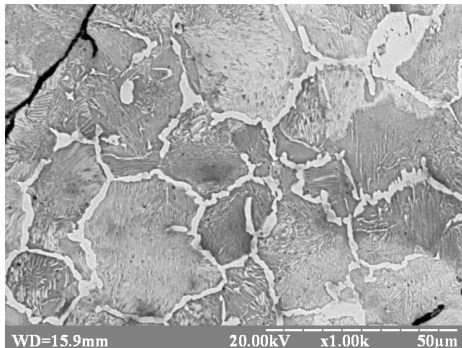
Така залежність може пояснюватися тим, що при більш швидкому охолодженні не відбувається росту зерен, структура залишається дрібнозернистою, що збільшує мікротвердість матеріалу. До того ж, при швидкому охолодженні спостерігається утворення мартенситних зерен, що говорить про гартування поверхні зразків внаслідок температурного градієнту між поверхнею і основою (рис. 5.31).



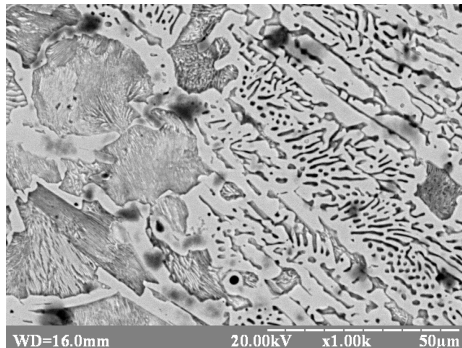
а



б



в



г

Рисунок 5.31 – Мікроструктура поверхні зразків після електронно-променевого оброблення: а – витримка 1 с; б – витримка 10 с; в – витримка 30 с; г – витримка 60 с

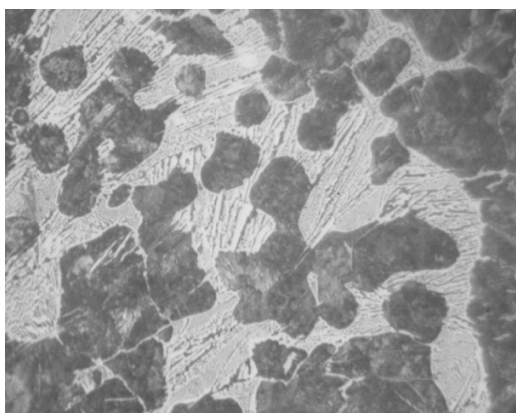
Як показали результати металографічних досліджень, при режимі швидкого охолодження вуглець не встигає прореагувати із залізом, і відповідно, в структурі залишається більше перліту. При збільшенні часу охолодження вуглець реагує із залізом утворюючи легкоплавку евтектику. В структурі матеріалу із часом охолодження збільшується кількість ледебуриту, який оточує перлітні зерна.

Відмінність мікротвердості зразків залежно від часу витримки обумовлено структурною неоднорідністю отриманих матеріалів. Структурна неоднорідність пов'язана з незавершеними дифузійними процесами, що відбуваються при електронно-променевому оплавленні. Високі швидкості нагріву і градієнт температури по перетину зразка приводить до неоднорідно розподіленого вуглецю в структурі матеріалу. При цьому ширина зміцненої зони складає близько 100–150 мкм в залежності від часу витримки.

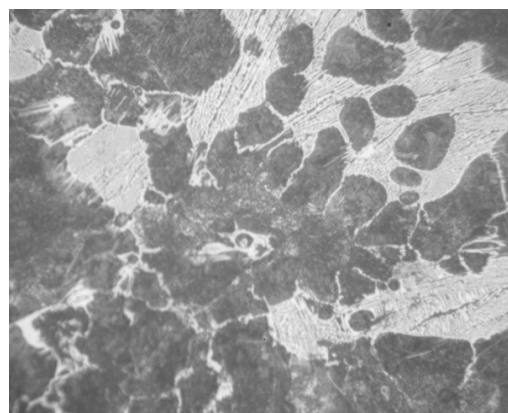
Однією із переваг виробів, отриманих методом порошкової металургії є можливість точного корегування хімічного складу та створення градієнтних шарів по структурі матеріалу. Це дозволяє отримати економно леговані сплави, що містять легуючі елементи тільки на робочій поверхні виробу. Тому електронно-променевої обробці піддавали двошарові зразки, в яких основну частину зразків виготовляли із суміші залізного порошку із вмістом графіту 1,4 %, а верхній шар із суміші, що містить 91 % залізу, 4 % графіту і 5 % карбіду хрому (Cr_3C_2) [315]. Карбід хрому вводився як легуюча складова, що забезпечує високу твердість та зносостійкість матеріалу в результаті поверхневого термічного оброблення зразків. При цьому товщина поверхневого шару складала 0,5, 1,0, 1,5 та 2,0 мм.

Поверхнєве оброблення електронним променем двошарових зразків показало, що мікроструктура матеріалів відрізняється залежно від товщини поверхневого шару (рис. 5.30).

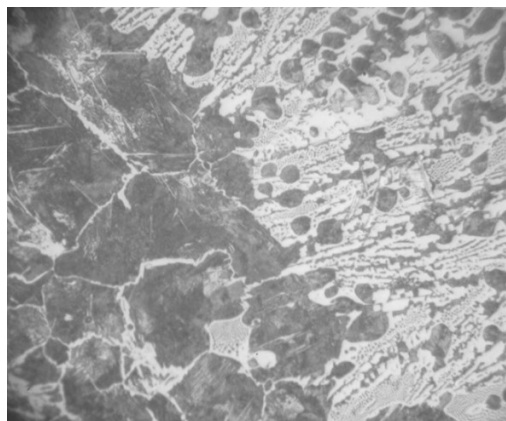
Така відмінність структури пов'язана з тим, що при мінімальній товщині відбувається перерозподіл верхнього шару з основою при оплавленні електронним променем, через що структура поверхні відповідає структурі доєвтектичного чавуну (рис. 5.32 а, б). При більшій товщині поверхневого шару спостерігається структура білого заєвтектичного чавуну, що складається з світлих пластин цементиту і ледебуриту, шар основи відповідає заєвтектоїдній сталі, в якій зерна перліту оточені сіткою цементиту (рис. 5.32 в, г).



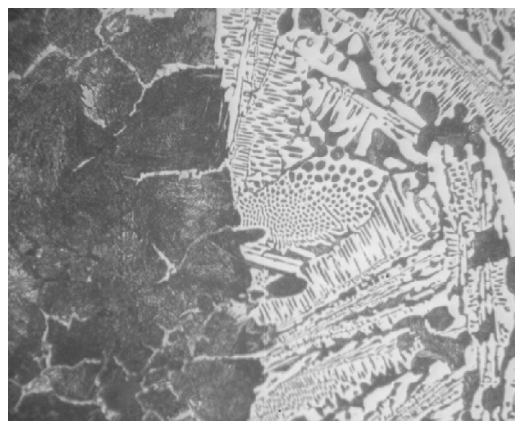
а



б



в



г

Рисунок 5.32 – Мікроструктура спечених зразків після оброблення електронним променем з різною товщиною верхнього шару: а – 0,5 мм, б – 1,0 мм, в – 1,5 мм, г – 2,0 мм

Мікротвердість двошарових зразків відрізняється в залежності від товщини поверхневого шару (рис. 5.33). В середині зразків мікротвердість практично однакова для всіх матеріалів та складає близько 3–4 ГПа. На поверхні, при товщині верхнього шару 0,5–1,0 мм, середні значення мікротвердості складають близько 5,0–5,5 ГПа. При збільшенні товщини шару до 1,5–2,0 мм середні значення мікротвердості сягають близько 7,5–9,0 ГПа.

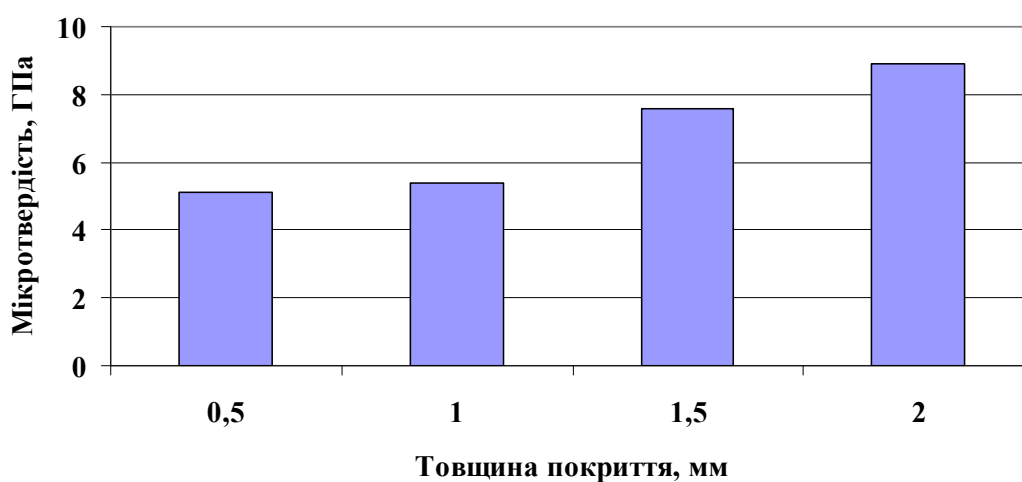


Рис. 5.33 – Залежність мікротвердості двошарових матеріалів від товщини поверхневого шару

Таким чином, легування поверхневого шару карбідом хрому та застосування поверхневої термічної обробки приводить до збільшення мікротвердості поверхневого шару порошкового матеріалу у два рази, що відбувається завдяки утворенню структури, яка відповідає білому заевтектичному легованому чавуну, в якому утворюються карбідні фази Cr_7C_3 , що підтверджують результати рентгенофазового аналізу. Поверхнева твердість матеріалів також збільшується до 68 HRC при твердості в середині близько 35–40 HRC.

Результати досліджень показали, що застосування локального поверхневого термічного оброблення спечених порошкових матеріалів дозволяє отримувати високу поверхневу твердість, особливо для сплавів з вмістом вуглецю 3,5 – 4,5 %. Встановлено, що час витримки спечених зразків із залізо – вуглецевого сплаву при локальному поверхневому термічному обробленні дозволяє змінювати структуру та поверхневу твердість матеріалу в інтервалі 2,5 – 4,5 ГПа. Показано, що для збільшення поверхневої твердості матеріалів необхідно проводити електронно-променеве оброблення при мінімальному часі витримки 1 – 10 с. Встановлено, що застосування градієнтних порошкових матеріалів із залізо – вуглецевого сплаву при локальному поверхневому термічному обробленні дозволяє отримати структуру поверхні, що відповідає заевтектичному чавуну з твердістю 7,5–9,0 ГПа, при цьому структура основи матеріалу відповідає заевтектоїдній сталі із твердістю 2,5–3,5 ГПа. Результати досліджень можуть бути використані при створенні економно легованих конструкційних залізобуглецевих сплавів, що повинні мати високу поверхневу твердість та високу об'ємну міцність.

5.6 Висновки

1. Вперше проведені комплексні дослідження отримання високощільних порошкових матеріалів на основі заліза методом гарячого торцевого вільного кування. Показано, що гаряче вільне кування порошкових систем може використовуватись для розширення номенклатури рецептур композитів із порошків металів та металокераміки.

2. Встановлено механізми збільшення фізико-механічних властивостей порошкових матеріалів на основі залізу при вільному гарячому куванні, а саме розчиненням вуглецю в залізі, зниження загальної пористості,

усунення міжчастинкових пор і подрібнення зерен матеріалу при зсувній деформації.

3. Встановлено, що використання сталевий обичайки дозволяє розширити номенклатуру порошків і порошкових композицій без їх руйнування при ущільненні гарячим куванням, що обумовлено високою взаємною адгезією зерен різного складу та дифузійним зв'язком у нових контактних зонах після кування.

5. Результати досліджень показали перспективність переробки відходів металообробки із стружки ШХ-15 з використанням вільного гарячого кування із попереднім осадженням порошкових брикетів. Створено беспористі композити на основі стружки ШХ-15 із добавками різних компонентів з високою міцністю (1600 – 1700 МПа) та пластичністю.

6. Встановлено, що застосування локального поверхневого термічного оброблення спечених і кованих порошкових матеріалів дозволяє отримувати високу поверхневу твердість, особливо для сплавів з вмістом вуглецю 3,5 – 4,5 %, що обумовлено структурною неоднорідністю отриманих матеріалів в результаті високої швидкості поверхневої термічної обробки.

РОЗДІЛ 6

ВПЛИВ ХІМІЧНОЇ ТА СТРУКТУРНОЇ ДОСКОНАЛОСТІ ПРЕСОВОК НА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ЕКОНОМНОЛЕГОВАНИХ СТАЛЕЙ ТА КОМПОЗИТІВ

Ефективним способом створення високощільних порошкових матеріалів на основі металів або металокераміки є просочування розплавами легкоплавких металів пористих каркасів. Тобто проблему залишкової пористості порошкових об'єктів, які погано ущільнюються в умовах статичного пресування, можна використовувати шляхом заповнення пор іншим більш легкоплавким металом. Основною проблемою при використанні даного методу є процеси взаємодії пористого каркасу та розплаву, що визначається здатністю до змочування матеріалу, а також проникністю брикету, що регулюється розміром та об'ємом пор. Технології порошкової металургії дозволяють створювати пористі каркаси із різноманітних матеріалів, з регульованим об'ємом та розташуванням пор, що забезпечує необхідні умови просочування металевими розплавами. Тому необхідно дослідити процеси інфільтрації пористих каркасів на основі заліза та визначити основні умови, що забезпечують отримання беспористих матеріалів з високим рівнем фізико-механічних властивостей.

6.1 Вплив пористої каркасної структури заліза на процес інфільтрації розплавом алюмінію

Для створення пористих каркасів на основі заліза було використано технології порошкової металургії, включаючи адитивні технології 3D друку [316]. При виготовленні каркасної структури технологією статичного

пресування, використовували залізний розпилений порошок із середнім розміром частинок 350–400 мкм (рис. 6.1)

Пресували брикети із співвідношенням висоти до діаметру близько 1,5 при тисках 150–300 МПа. Для збільшення загальної пористості зразків, до залізного порошку додавали пороутворювачі (вуглекислий амоній та карбамід). Введення пороутворювачів до залізного порошку забезпечує збільшення загальної пористості пресовок на 5–7 % при тих самих тисках.

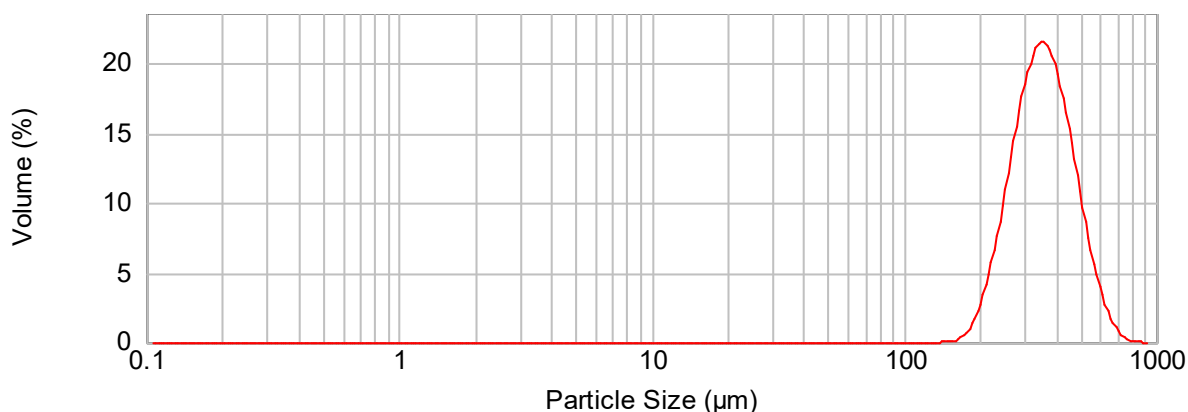


Рисунок 6.1 – Гранулометричний склад залізних порошоків

Дослідження впливу хімічного складу пороутворювача на пористість зразків показало, що при тисках 150–200 МПа об’єм загальної пористості відповідає 35–40 %, при цьому найбільша пористість близько 40% досягається при використанні карбаміду (рис. 2). Фактично мінімальним тиском, який забезпечує формуємість залізного порошку даної фракції є 150 МПа.

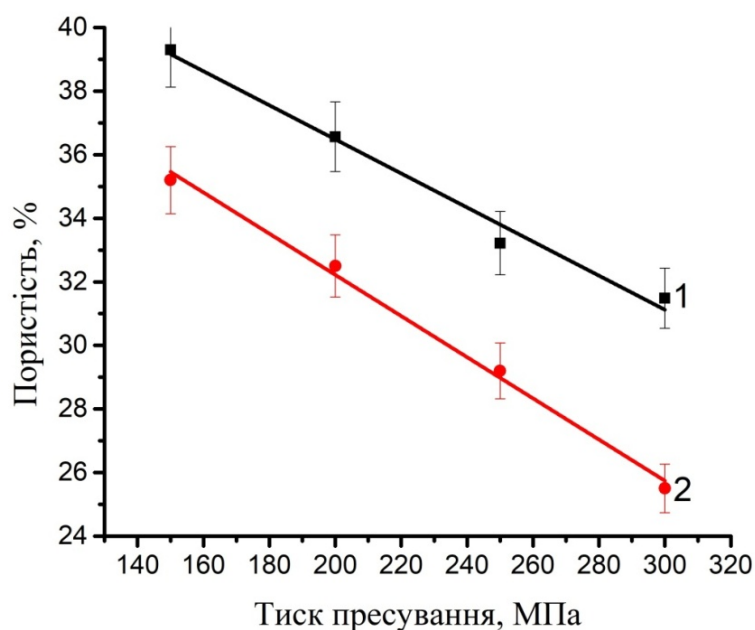


Рисунок 6.2 – Залежність пористості зразків від тиску пресування з різним пороутворювачем: 1– карбамід; 2 – вуглекислий амоній

Також було виготовлено брикети із залізної стружки, що є результатом відходів металообробки. Даний підхід може бути перспективним з точки зору переробки та утилізації металевих відходів. Частинки стружки мають лускату форму і брикетуються при низьких тисках 100–150 МПа до пористості 35–40 % без використання пороутворювача. Спікання брикетів проводили при температурі 1100 °С у середовищі водню протягом 1 години [317].

Пористі каркаси отримані 3 D друком було виготовлено методом селективного лазерного плавлення на принтері «Realized SLM50». Використовували залізний порошок фракції -63 мкм + 45 мкм з товщиною шару 70 мкм. Потужність лазера складала 75 Вт при швидкості сканування 0,4 м/с, що відповідає відстані між точками обробки 20 мкм і часу експозиції в точці 50 мкс.

На рисунку 6.3 наведено структуру пористих залізних каркасів отриманих різними способами. Як показав металографічний аналіз, розмір

пор складає 50–100 мкм для зразків отриманих із сферичного порошку та 400–450 мкм для зразків отриманих 3 D друком. При цьому, зразки отримані 3 D друком мають однаковий розмір та форму пор з рівномірним розташуванням по об'єму. Так само, практично однаковий розмір і рівномірне розташування пор мають зразки отримані із сферичного порошку. Зразки отримані із відходів стружки мають розгалужену систему порових каналів різної форми та розміру, що обумовлено лускатою формою вихідної стружки та процесами пластичної деформації при статичному пресуванні.

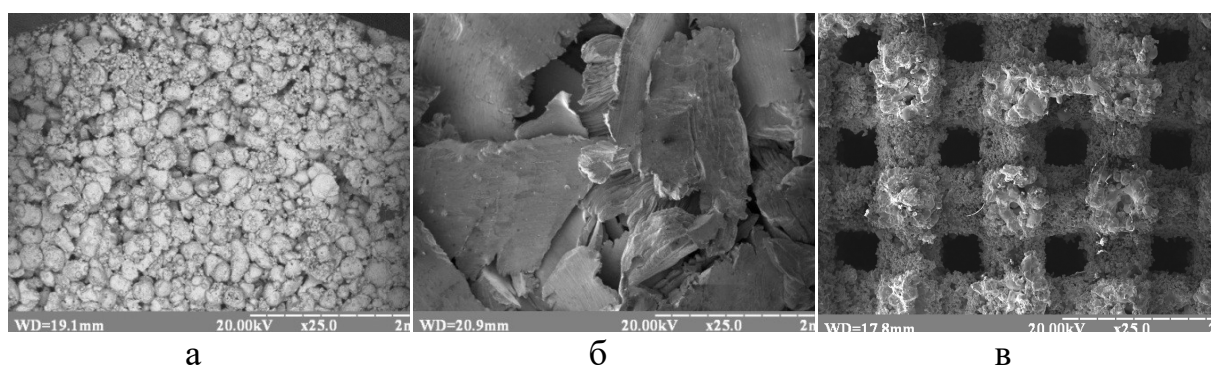


Рисунок 6.3 – Тип каркасної структури пористих матеріалів: а – на основі залізного порошку; б – на основі залізної стружки; в – 3D друк

Просочування отриманих пористих каркасів на основі заліза рідкими розплавами на основі алюмінію марок А1 та АК7 проводили на спеціальному стенді з можливістю створення градієнту тиску. Пористий каркас встановлювали у спеціальну сталеву форму, розплавляли алюмінієвий сплав марки АК7 (А1) при температурі 760 – 780 °С та заливали у форму із пористим каркасом після чого вмикали форвакуумний насос та проводили просочування при тиску 2 – 4 кПа протягом 3–5 с.

Як видно з мікроструктур, алюміній розподіляється по пористому залізному каркасу, повністю заповнюючи відкриті пори (рис. 6.4). Було встановлено, що мінімальний розмір пор, який забезпечує інфільтрацію

рідкого розплаву на основі алюмінію в умовах градієнту тиску складає 400 МКМ.

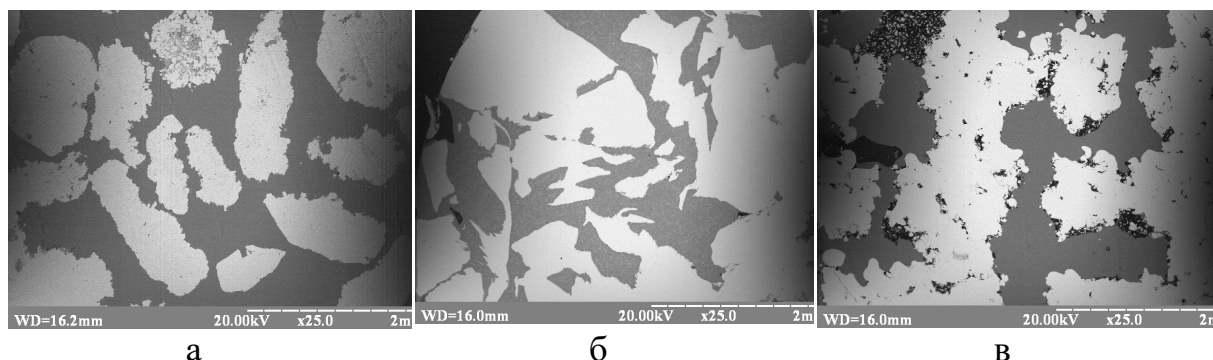


Рисунок 6.4 – Мікроструктура зразків після просочення розплавом АК7: а – на основі залізного порошку; б – на основі залізної стружки; в – 3D друк

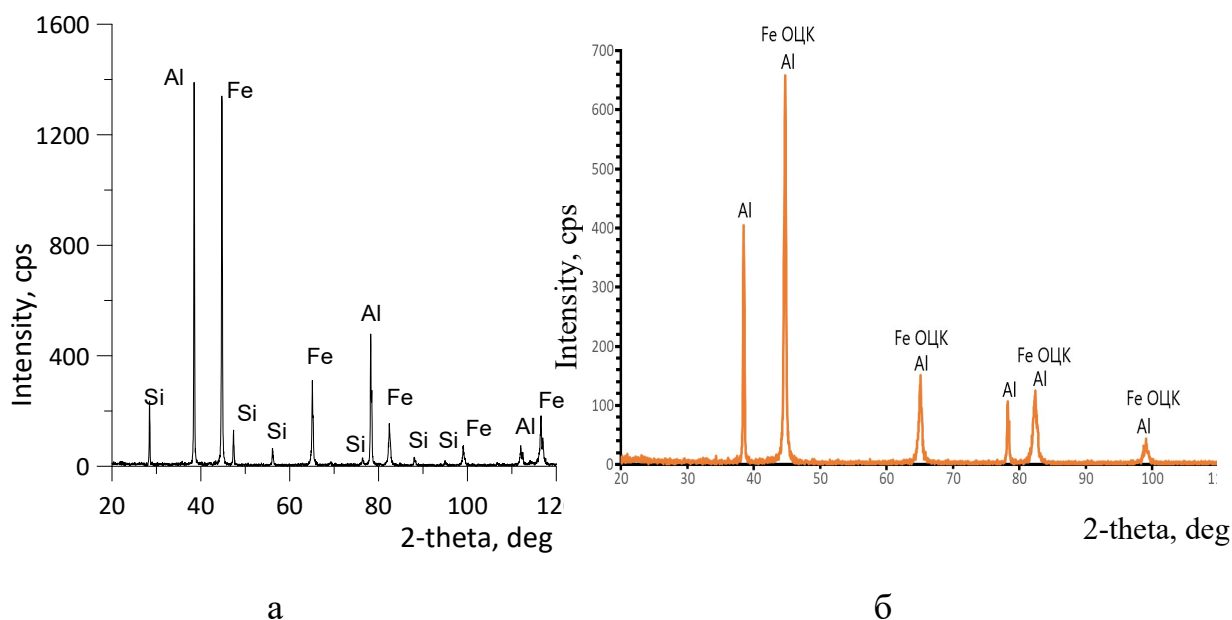


Рисунок 6.5 – Спектри рентгенівської дифракції зразків із пористого залізного каркасу отриманого 3 D принтігом: а - просочений розплавом АК7, б – просочений розплавом А1

При цьому, як показали результати рентгенофазового аналізу (рис. 6.5 а, б), фазовий склад отриманих композитів складається із твердих розчинів α -Fe, Al та Si, тобто в матеріалі відсутні інтерметалідні фази, наявність яких є характерним при отриманні матеріалів системи Fe–Al.

Проведення рентгеноспектрального аналізу на скануючому електронному мікроскопі SELM-106 показало, що в структурі композиту присутня незначна кількість хімічної сполуки, що утворилася внаслідок взаємодії між залізом і алюмінієм. Слід зазначити, що хімічна сполука, вміст якої не перевищує 1–2 %, утворилася на границі взаємодії двох металів і розташовується тонким дискретним прошарком 5–10 мкм (рис. 6.6, табл. 6.1). Незначна кількість інтерметалідної фази пояснює її відсутність на дифрактограмі, проте її наявність на границі металів повинно забезпечити кращу адгезію між матрицею та каркасом.

Фактична відсутність інтерметалідних фаз в структурі композиту обумовлено тим, що час просочування під вакуумом складає декілька секунд і компоненти не встигають прореагувати між собою. Відповідно, механічні характеристики таких каркасних матеріалів будуть вище, ніж у матеріалів отриманих просочуванням шляхом занурення у алюмінієвий розплав з тривалим часом витримки.

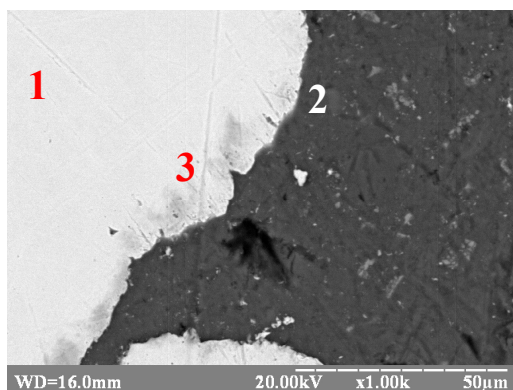


Рисунок 6.6 – Рентгеноспектральний аналіз матеріалу на основі залізного каркасу після просочення розплавом АК7

Таблиця 6.1 – Хімічний склад композиту Fe-Al

Елемент	1	2	3
Fe	99.87	0.63	96.48
Al	–	82.45	3.52
Si	–	16.92	-

Дослідження механічних характеристик отриманих композитів проводили визначаючи міцність на стиснення. Випробування проводили на повірених універсальних машинах “CERAMTEST” та «TIRATEST 28100» на циліндричних зразках із співвідношенням висоти до діаметру 1,5.

Результати випробувань показали, що найбільшу межу міцності (близко 400 МПа) мають зразки отримані із 3D каркасів (табл. 6.2). Цікаво, що найбільша межа плинності спостерігається для зразків з каркасом із стружки (115,2 МПа), що пов'язано із високою площею контактної поверхні частинок стружки, які хаотично переплітаються між собою. Відповідно, найнижчі характеристики мають зразки з каркасом із частинок сферичного порошку, які мають мінімальну площу контакту, а також виявлено окремі ділянки де каркас не сформувався.

Таблиця 6.2 – Механічні характеристики матеріалів при стисненні

Тип каркасу	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа	$\sigma_{ст}$, МПа	$\dot{\epsilon}$, %
Стружка	94	115,2	160,8	7,8
Порошок	36,7	46,8	106,5	9,2
3 D	55,1	68,1	400,1	31,8

Аналізуючи поведінку руйнування каркасних композитів при стисненні, слід вказати на відмінність характеру деформації зразків із 3D каркасів та отриманих пресуванням порошку (рис. 6.7). Так для порошкового каркасу пластична деформація починається вже з 50 МПа з наступним руйнуванням близько 100 МПа. Для зразків, отриманих із 3D каркасів, характерно два перегини на діаграмі: перший — в області 60–70 МПа (початок пластичної деформації), при цьому відбувається деформаційне зміцнення і збільшення відносної деформації до 20–22%; другий перегин починається з 230–240 МПа, який визначає об'ємну деформацію зразків (зміна геометричних параметрів)

Слід також зазначити, що частина просочених зразків отриманих із 3D каркасів взагалі не руйнувалась при стисненні, їх відносна деформація складала більше 30 %, тобто отримані композити мають високу пластичність.

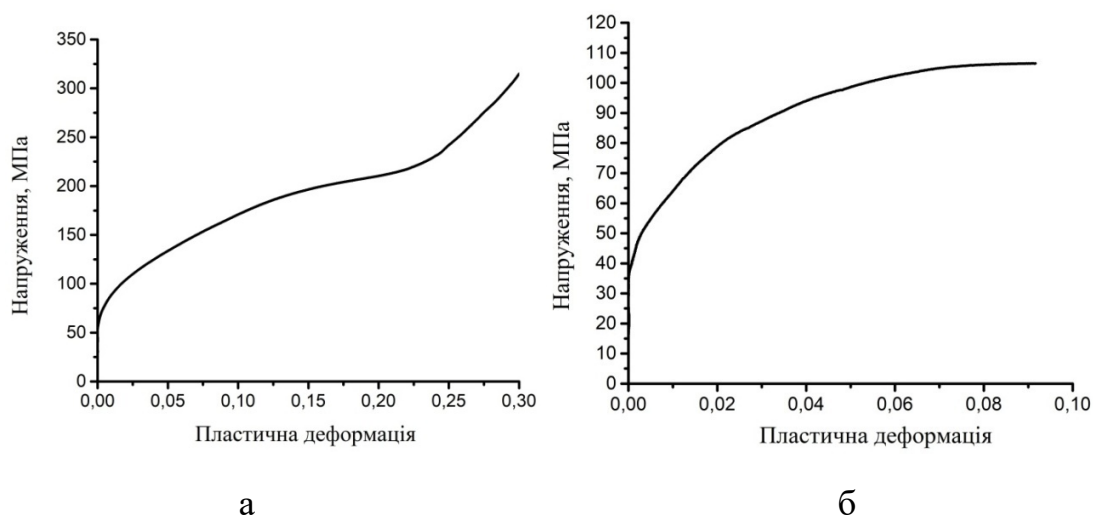


Рисунок 6.7 – Діаграми напруження – деформація при стисненні каркасних композитів : а – 3D друк; б – на основі залізного порошку

Враховуючи перспективність отриманих результатів вимірювання механічних властивостей для композитів, що складаються із 3D каркасів було порівняно механічні властивості вихідного пористого каркасу з об'ємом пор 50 % і просоченого каркасу розплавом АК7 (рис. 6.8).

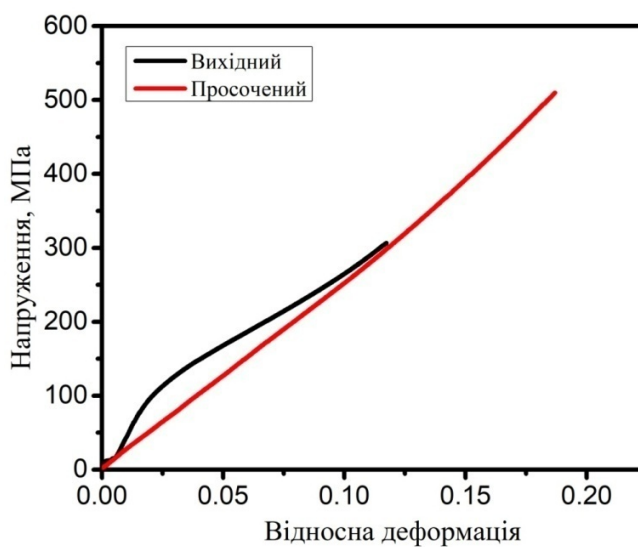


Рисунок 6.8 - Діаграма напруження – деформація при стисненні 3D каркасів до просочування та після просочування сплавом АК7

Результати випробувань показали, що просочування пористого каркасу алюмінієм збільшує міцність до 450 – 480 МПа з 250 – 270 МПа, при цьому

пористий каркас руйнується на відміну від просоченого, який деформується із зміною геометричних розмірів без руйнування.

Враховуючи значну зміну геометричних розмірів композитів на основі каркасів із співвідношенням залізу до алюмінію 50/50, було створено модельні зразки, які складаються із спечених циліндричних пресовок із залізу, що оточені обичайкою із алюмінію, із збереженням співвідношення об'єму заліза та алюмінію. Дослідження механічних властивостей біметалевих матеріалів показало, що завдяки обичайці із пластичного алюмінію, зразки деформуються при значно більших навантаженнях із досягненням міцності 745 - 750 МПа (рис. 6.9, табл. 6.3). При цьому слід зазначити, що межа плинності комбінованого біметалевого матеріалу близько 130 МПа дещо перевищує межу плинності заліза.

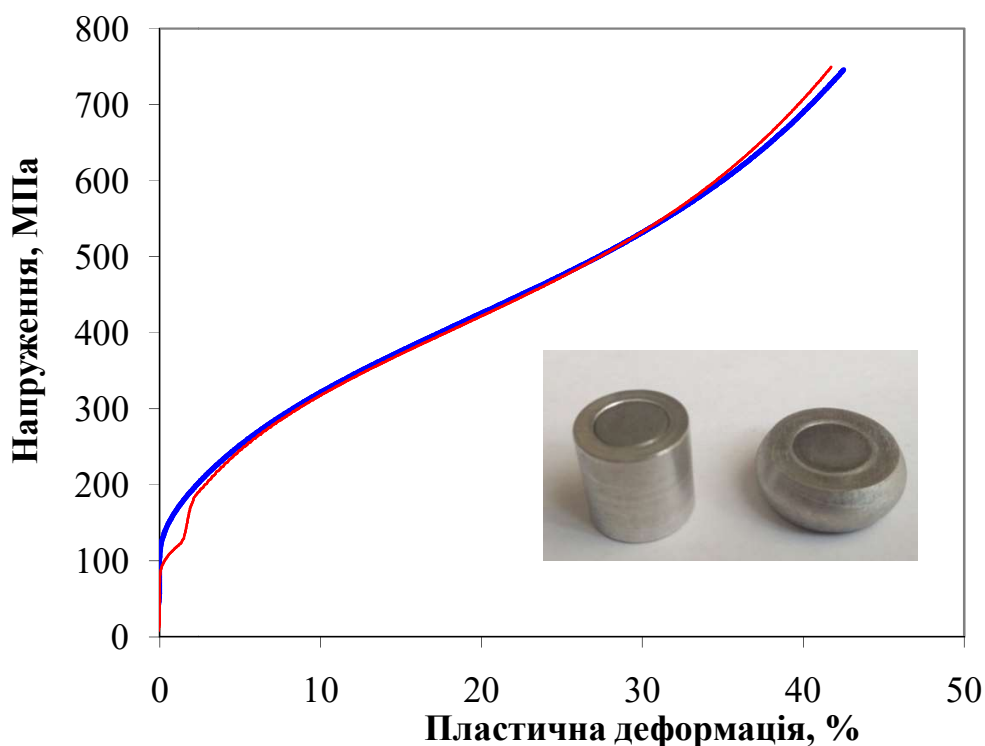


Рисунок 6.9 - Діаграма напруження – деформація при стисненні біметалевих матеріалів на основі залізо – алюміній

Таблиця 6.3 – Механічні характеристики біметалевих матеріалів при стисненні

№	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа	$\sigma_{ст}$, МПа	ε , %
1	104,0	131,0	745,8	42,51
2	75,0	96,0	749,6	41,73

Таким чином, застосування пластичної алюмінієвої обичайки дозволяє майже вдвічі підвищити опір матеріалу до деформації та забезпечити пластичність більше 40 %.

Наступним етапом досліджень було вивчення впливу допресовки у сталевій матриці без зазору, тобто без значної радіальної деформації на властивості просочених 3D каркасів. Для цього на циліндричні брикети, що складаються із 3D каркасів просочених алюмінієм, було нанесено комбіноване мастило, після чого брикети пресували у сталевій матриці при тиску 500 МПа. При цьому відбулась незначна деформація зразків в межах 10 %, однак металографічний аналіз показав зміну структури після допресовки, відбувається збільшення розмірів складових каркасу (рис.6.10).

До того ж, можна спостерігати збільшення контакту між залізним каркасом та алюмінієм після допресовки, фактично допресовка прибирає порожнечу, що залишаються в композиті після інфільтрації внаслідок неповного змочування розплавом (рис. 6.11).

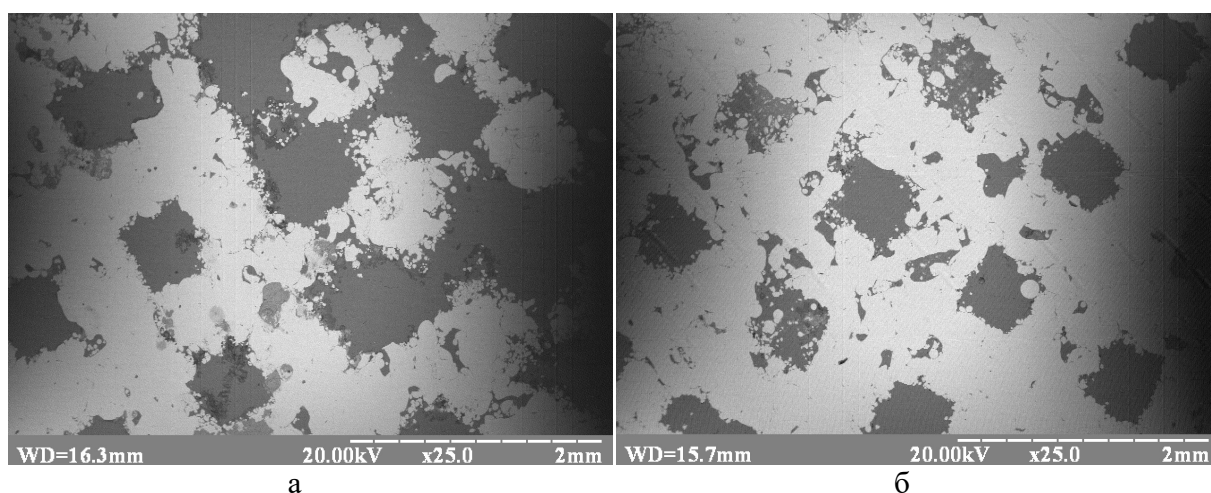


Рисунок 6.10 – Структура просочених 3D каркасів: а – вихідний, б – після допресовки при 500 МПа

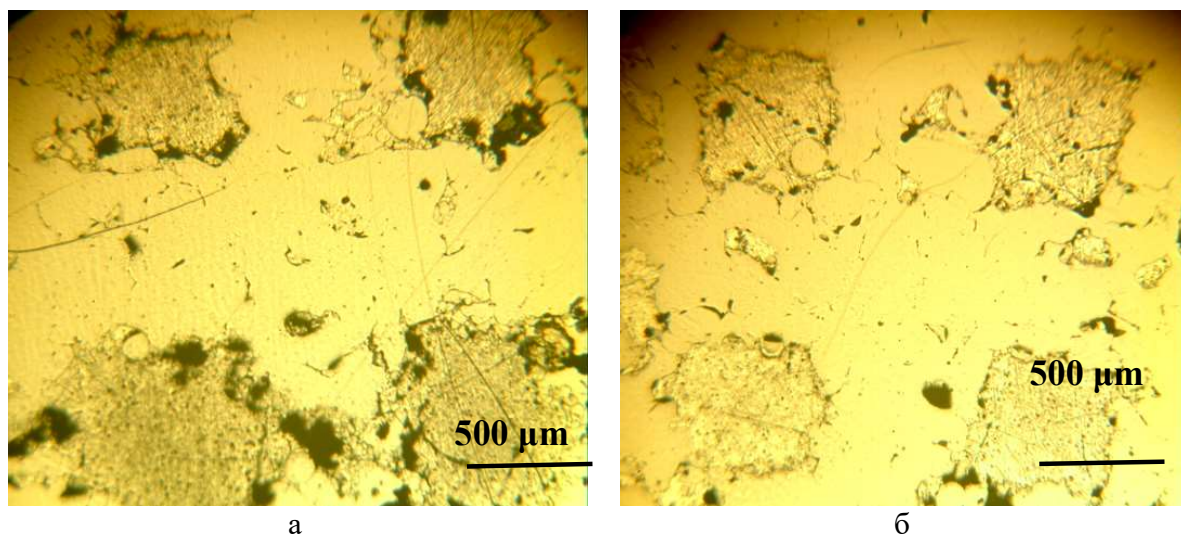


Рисунок 6.11 – Макроструктура просочених 3D каркасів: а – вихідний, б – після допресовки при 500 МПа

Результати дослідження механічних характеристик вихідних та допресованих просочених 3D каркасів наведено в таблиці 6.4.

Таблиця 6.4 – Механічні характеристики матеріалів при стисненні

Вид зразка	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа	$\sigma_{ст}$, МПа	ϵ , %
Просочений	55,1	68,1	400,1	31,8
Просочений та допресований	145,2	168,3	514,0	47,0

З результатів таблиці 6.4 можна побачити, що допресовка із деформацією зразків в межах 10 % привела до збільшення міцності вище 500 МПа та значного зростання межі плинності майже до 170 МПа. Збільшення механічних характеристик просочених 3D каркасів можна пояснити декількома причинами: перша - при допресовці відбувається деформаційне зміцнення алюмінію, друга – допресовка прибирає пустоти між каркасом і алюмінієм, третя - допресовка приводить до стоншення і фрагментації інтерметалідного прошарку на границі між залізним каркасом і алюмінієм, що підтверджується результатами металографічного аналізу (рис. 6.11).

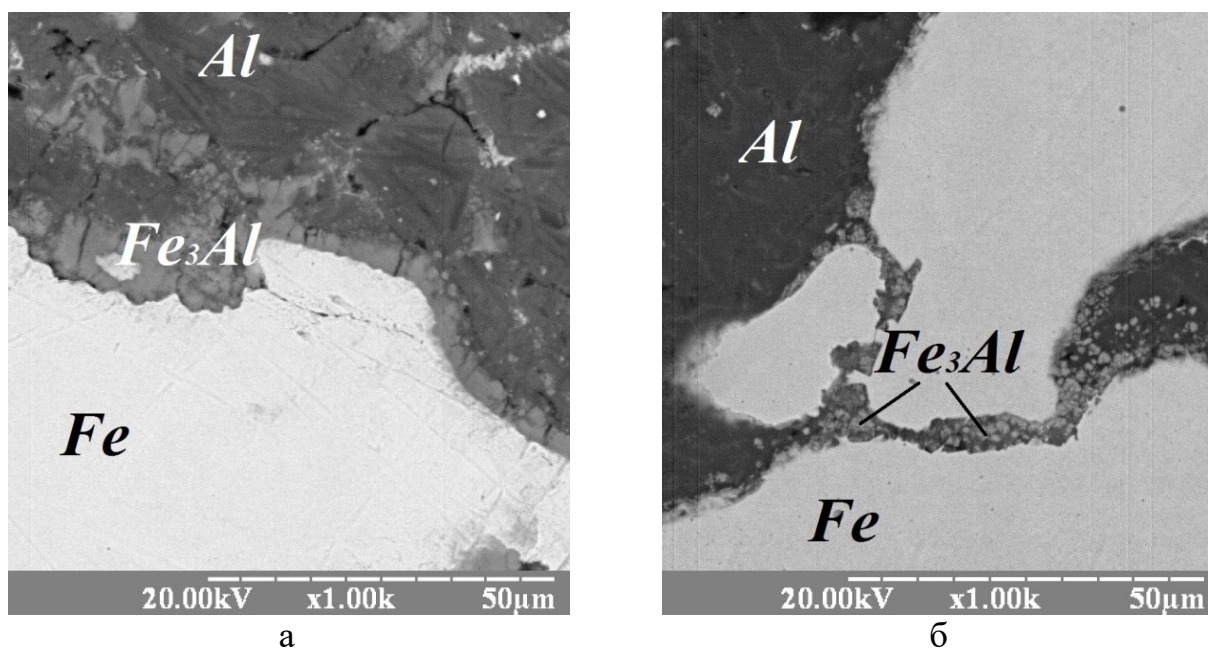


Рисунок 6.11 – Мікроструктура просочених пористих 3D каркасів: а – перед допресовкою, б – після допресовки

Деформаційне зміцнення алюмінію після допресовки, що є характерним для алюмінієвих сплавів, підтверджують результати дюрOMETричних досліджень просочених каркасів методом Бринеля (табл. 6.5).

Таблиця 6.5 – Твердість матеріалів на основі просочених 3 D каркасів

Вид обробки	Твердість, HB
3 D каркас після просочення	50 – 55
3 D каркас після просочення та допресовки	80 – 85

Вимірювання питомого електричного опору 3D каркасів, показало, що просочування каркасів алюмінієм природно знижує питомий електричний опір на два порядки, що обумовлено більшою електропровідністю алюмінію (табл. 6.6). Підвищення електропровідності матеріалів на основі 3D каркасів показує можливість аналогічного підвищення питомої теплопровідності композитів.

Таблиця 6.5 – Питомий електричний опір матеріалів на основі 3 D каркасів

Вид обробки	Опір, Ом	Питомий електричний опір, мкОм·10 ³
3 D каркас до просочення	$19,85 \cdot 10^{-3}$	18,22
3 D каркас після просочення	$0,471 \cdot 10^{-3}$	0,498

Таким чином, результати досліджень показали можливість створення композитів системи Fe-Al на основі 3D каркасів з регульованим розташуванням складових. Зміна геометричних параметрів складових каркасів (орієнтація комірок, розмір складових) може збільшити механічні характеристики композитів.

6.2 Вплив геометричних параметрів складових 3D каркасів на основі заліза на механічні властивості матеріалів

Для оцінки механічних характеристик пористих залізних каркасів було створено методом 3D друку три типи структури каркасів з різним розташуванням елементарних комірок в об'ємі пористого каркасу. Перед визначенням розмірів комірки, проводили обробку зображення у графічному редакторі Photoshop з метою чіткого обмеження області вимірювання. Для визначення розміру елементарної комірки використовували комп'ютерну обробку за допомогою програми АМІС [318]. Програма використовує особливості цифрової фотографії: формуються вибірки крапок уподовж прямих, розташованих під різними кутами до координатних осей екрану (передбачена можливість самостійно задавати ці кути); потім крапки, що належать однією структурною складовою, зливаються в хорди, і масив хорд, що утворився при обробці, дозволяє далі підрахувати об'ємні долі структурних складових, кількість часток кожній з них, відновити їх складну форму, у тому числі і неопуклу, розрахувати периметри часток, діаметри Фере. Після вибору необхідного набору опорних кольорів для коректного автоматичного розділення зображення на структурні складові був заданий автоматичний розрахунок значень діаметру Фере елементів структури.

Каркаси представляють собою високопористі об'єкти створені за допомогою селективного лазерного плавлення із загальним об'ємом пор 78 – 79 % (рис. 6.12). Каркаси виготовлено за однаковими принципами, основна відмінність - просторове орієнтуванням елементарної комірки. Каркас №1 має орієнтування елементарної комірки під кутом до вісі x , y , z ; каркас №2 має просте орієнтування – паралельно до вісі x , y , z ; у каркаса №3 елементарна комірка розташована паралельно до вісі y та під кутом до вісі x , z .

Обрахування розмірів утворюючих решіток та комірок проходило наступним чином, довільним чином вибирали початкову поверхню і позначали буквою “А”, далі зразок обертати на 90° і кожну наступну поверхню позначали відповідно “В”, “С”, “D”. Для каркасів №1 та №2 з метою виділення елементарної комірки, зйомку проводили під кутом, при якому її було чітко видно. Для каркасів №2 і №3 вимірювання проводили з торцевих поверхонь, які позначали, зліва – буквою “Е”, справа – буквою “F”. Зображення різних проекцій першого типу каркасів наведено на рисунках 6.13 і 6.14.

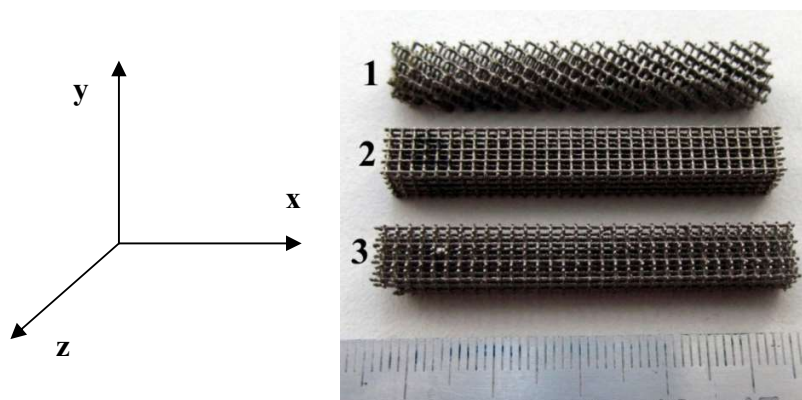


Рисунок 6.12 – Зображення каркасів, надрукованих методом SLM

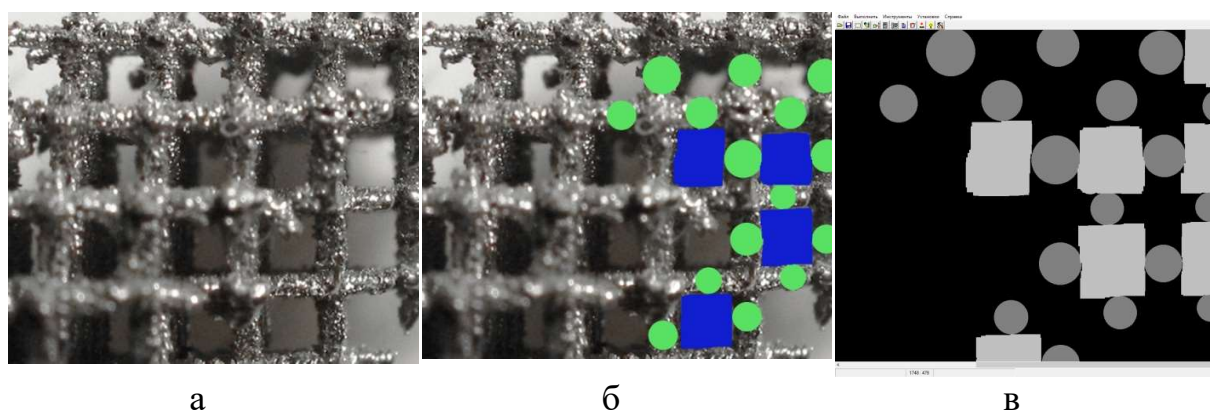


Рисунок 6.13 - Зображення (проекція А, під кутом) досліджуваного каркасу перед обробкою в графічному редакторі (а), після обмеження областей вимірювання (б), після обрахунку в програмі AMIC (в)

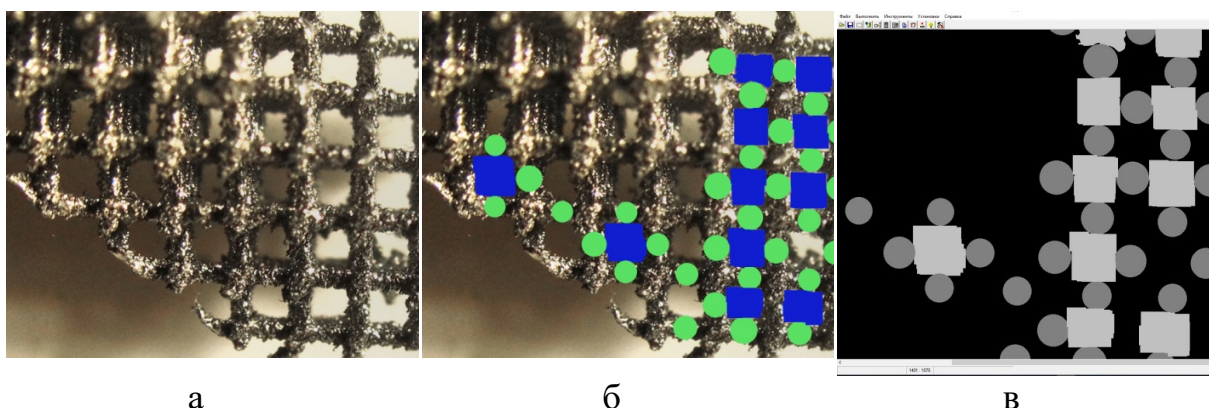


Рис. 6.14 – Зображення (проекція AD, під кутом) досліджуваного каркасу перед обробкою в графічному редакторі (а), після обмеження областей вимірювання (б), після обрахунку в програмі AMIC (в)

Порівняння обробки зображення за допомогою програми AMIC з обробкою за допомогою сертифікованої комп'ютерної програми показали, що дані в межах похибки вимірювань збігаються, тобто програма AMIC забезпечує достатню точність. Зображення різних проекцій другого типу каркасів наведено на рисунках 6.15 і 6.16.

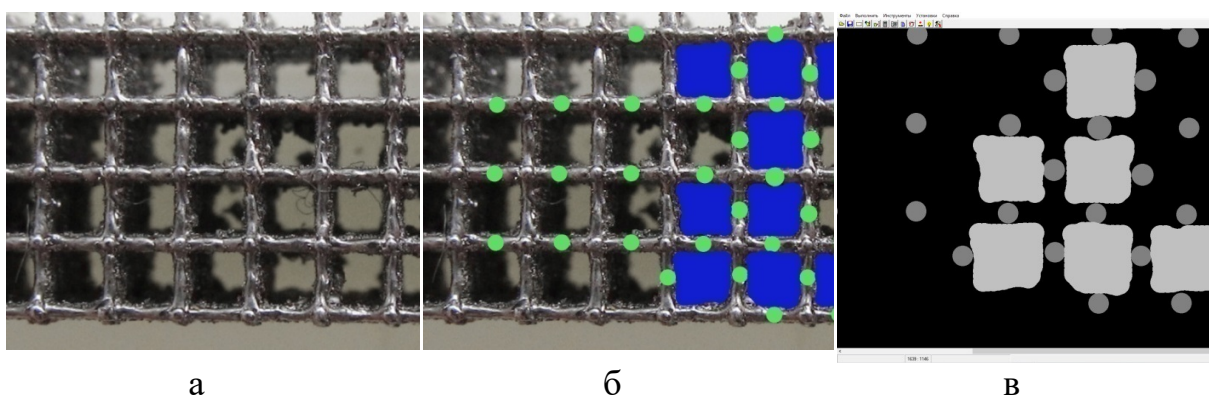


Рисунок 6.15 – Зображення (проекція А) досліджуваного каркасу перед обробкою в графічному редакторі (а), після обмеження областей вимірювання (б), після обрахунку в програмі AMIC (в)

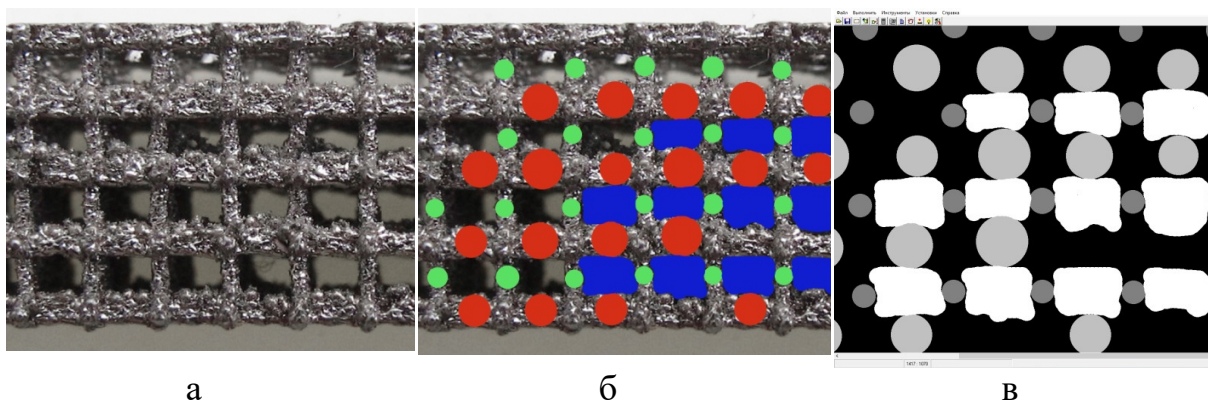


Рисунок 6.16 – Зображення (проекція В) досліджуваного каркасу перед обробкою в графічному редакторі (а), після обмеження областей вимірювання (б), після обрахунку в програмі АМІС (в)

Зображення різних проекцій третього типу каркасів наведено на рисунках 6.17 і 6.18.

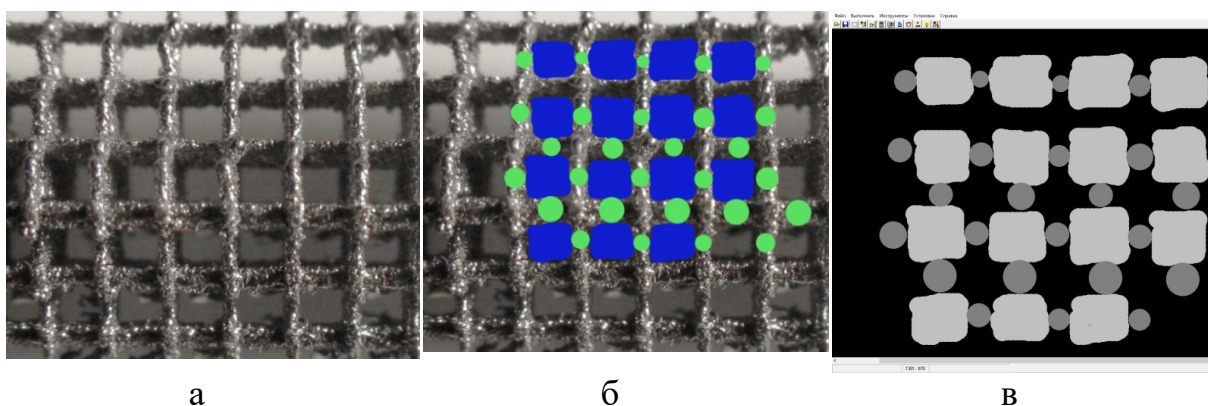


Рисунок 6.17 – Зображення (проекція АВ, під кутом) досліджуваного каркасу перед обробкою в графічному редакторі (а), після обмеження областей вимірювання (б), після обрахунку в програмі АМІС (в)

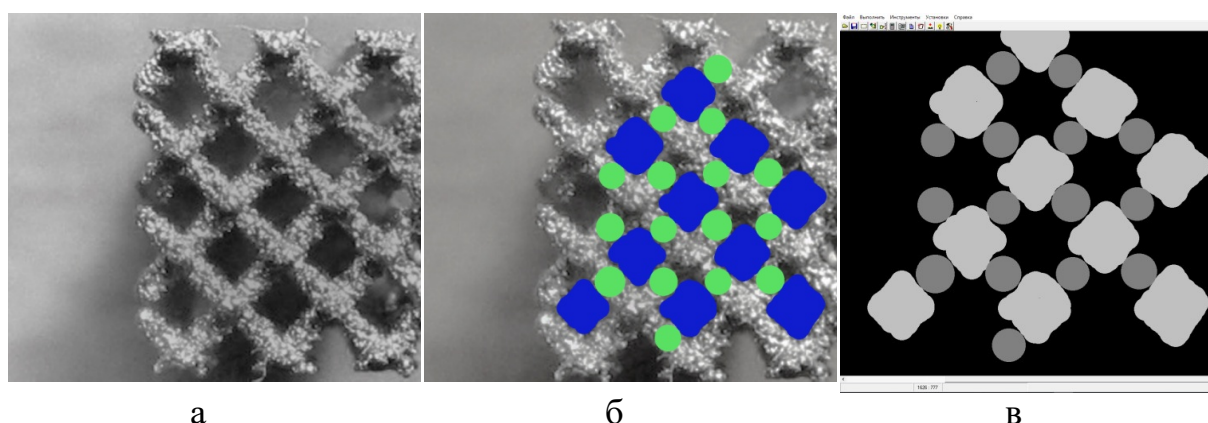


Рисунок 6.18 – Зображення (проекція F) досліджуваного каркасу перед обробкою в графічному редакторі (а), після обмеження областей вимірювання (б), після обрахунку в програмі AMIC (в)

Кут орієнтування елементарної комірки до площини зразку складає як для першого типу каркасу, так і для третього 45° , для другого типу каркасів кут орієнтування комірки становить 90° . Діаметри Фере вимірюються для достатнього числа кутів в інтервалі від 0 до 180° , з яких вибираються мінімальне ($D\Phi_{\min}$), середнє ($D\Phi_{\text{avg}}$) і максимальне ($D\Phi_{\max}$) значення.

Результати вимірювання основних складових пористих 3 D каркасів шляхом автоматичного розрахунку значень діаметру Фере елементів структури наведено в таблиці 6.6.

Результати вимірювання складових 3 D каркасів показало, що практично для всіх типів каркасів середній розмір решіток знаходиться в діапазоні $0,40 - 0,53$ мм, розмір комірок $1,1 - 1,2$. Тобто фактично, каркаси відрізняються собою виключно орієнтацією елементарних комірок, що було враховано при дослідженні їх механічних властивостей.

Таблиця 6.6 – Основні результати вимірювання основних складових 3
D каркасів

Тип каркасу	Проекція	Утворюючі решіток (основні та вертикальні)			Утворюючі решіток (горизонтальні)			Комірки		
		D _{Фmin} , мм	D _{Фavg} , мм	D _{Фmax} , мм	D _{Фmin} , мм	D _{Фavg} , мм	D _{Фmax} , мм	D _{Фmin} , мм	D _{Фavg} , мм	D _{Фmax} , мм
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	A*	0,39	0,56	0,72	-	-	-	0,88	1,23	1,44
	AD*	0,51	0,59	0,67	-	-	-	0,77	1,10	1,41
	AB*	0,43	0,52	0,49	-	-	-	0,88	1,11	1,39
2	A	0,31	0,33	0,39	-	-	-	1,09	1,33	1,54
	B	0,36	0,40	0,48	0,63	0,72	0,84	0,62	1,08	1,35
	C	0,36	0,43	0,53	-	-	-	1,05	1,26	1,40
	D	0,37	0,40	0,46	0,52	0,70	0,83	0,78	1,09	1,33
	E	0,34	0,37	0,47	0,51	0,68	0,84	0,75	1,09	1,30
	F	0,34	0,37	0,41	0,56	0,77	0,89	0,67	1,10	1,33
3	AB*	0,29	0,47	0,62	-	-	-	0,88	1,19	1,42
	AD*	0,42	0,48	0,58	-	-	-	0,91	1,21	1,40
	E	0,39	0,49	0,57	-	-	-	0,89	1,07	1,27
	F	0,51	0,53	0,59	-	-	-	0,86	1,04	1,26

* - зображення зроблене під кутом до площини зразку.

Для побудови кривої мікродеформації за результатами випробувань на чотириточковий вигин використовувалась машина “CERAMTEST” з автоматизованою реєстрацією експериментальних даних за допомогою комп'ютера. Відстань між зовнішніми опорами складала 40 мм, між внутрішніми – 20 мм. Високочутливий датчик переміщення (чутливість не нижче 2×10^{-7} м) закріплюється між середніми роликами і фіксує деформацію з точністю 10^{-5} . Переміщення траверси здійснюється зі швидкістю 0,2 мм/хв. Випробувальна машина “CERAMTEST” обладнана автоматизованою системою керування й обробки інформації, що дозволяє визначати значення модуля пружності, міцності і пластичності матеріалу з точністю не нижче 2%.

Випробування 3 D каркасів першого типу на три- та чотири точковий згин, показало, що опорні ролики ”вминаються” в каркас (рис. 6.19) і на діаграмі відображається саме ця деформація. Водночас можна зробити висновок, що внутрішня ґратка не руйнується під відбитком, з’єднання міцні та деформуються пластично.



Рисунок 6.19 – Зображення 3 D каркасів першого типу після випробувань на три- та чотири точковий згин

На початковій ділянці діаграми навантаження спостерігається лінійна ділянка, що характеризує пряму пропорційність між напругою і деформацією, відповідно за результатами чотириточкового згину каркасів у пружній зоні було визначено модулі пружності (табл. 6.7).

Таблиця 6.7 – Модулі пружності 3 D каркасів при чотириточковому згині

Тип каркасу	1	2	3
Модуль пружності, ГПа	20	23,9	17,2

Результати вимірювань модуля пружності показало, що пористі 3 D каркаси мають модуль пружності, одного порядку від 17,2 до 23,9 ГПа.

Дослідження 3 D каркасів на стиснення показало, що каркаси 1 і 3 типу деформуються за схожими схемами (рис. 6.20). Прошарки деформуються майже рівномірно або одночасно, коли торкаються напруження зростає. Невеликі спади на діаграмах свідчать про руйнування деяких перетинок, що розташовані під кутом 45° .

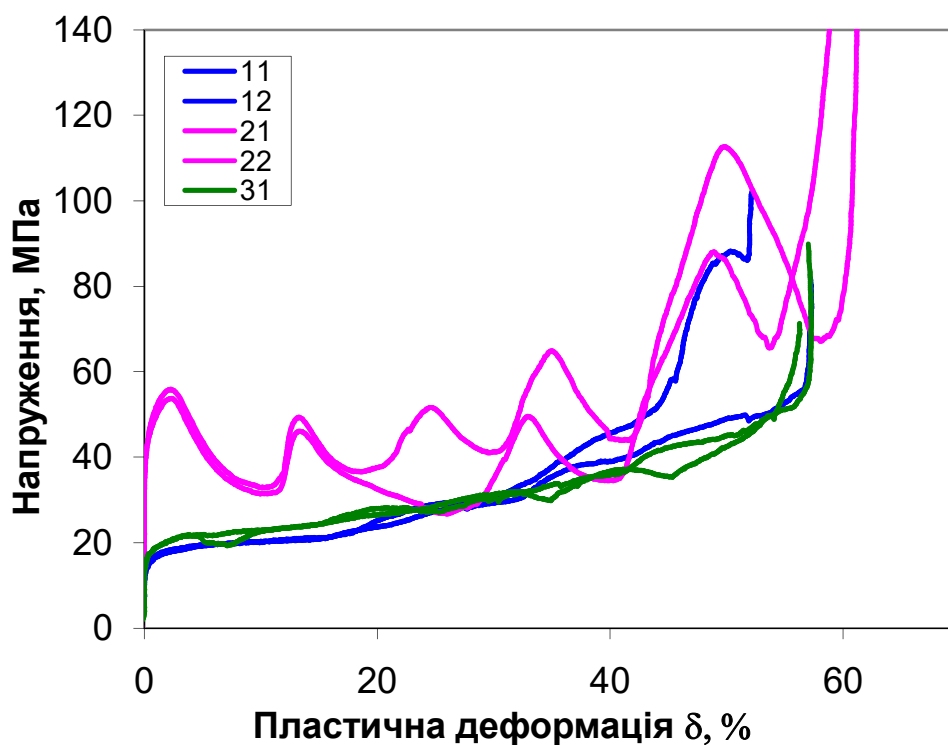


Рисунок 6.20 – Діаграма напруження – деформація при стисненні 3 D каркасів різних типів

Для 3 D каркасів 2 типу спостерігається інша поведінка під час деформації при стисненні. Так, зразки другого типу деформуються пошарово, що обумовлено тим, що утворюючі комірок розташовані під кутом 90° , відповідно деградація складових йде дискретно: спочатку

деформується перший шар, потім другий і так далі. Характеристики міцності каркасів представлено в таблиці 6.8.

Таблиця 6.8 – Характеристики міцності 3 D каркасів різного типу при стисненні

Тип каркасу	№ зразка	σ_{001} , МПа	σ_{02} , МПа
1	11	11,6	14,4
	12	10,2	14,0
2	21	31,8	41,9
	22	35,5	41,6
3	31	11,3	15,7
	32	13,9	16,2

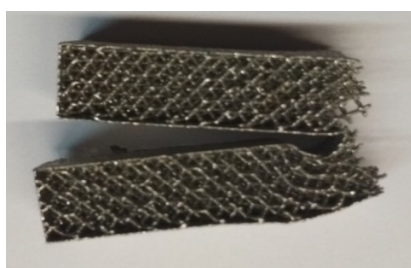
В таблиці 6.8 наведені лише значення меж пропорційності та плинності, оскільки матеріали пластичні і за такої схеми випробування не руйнуються в класичному розумінні цього терміну, тобто не розділяються на частини, тому межу міцності каркасів із об'ємом пор 80 % наводити не коректно. При цьому, слід зазначити, що найбільші значення меж пропорційності та плинності спостерігаються у каркасів 2 типу, що пов'язано із поступовим характером деформації комірок.

Проведення випробувань 3 D пористих каркасів на ударну в'язкість на маятниковому копрі КМ-5, який задовольняє вимогам ІСО 148 по ДСТУ 3669-97, показало, що найбільші значення ударної в'язкості, як і міцності при стисненні і модуля пружності, спостерігаються так само у каркасів другого типу (табл. 6.9). При цьому слід зазначити, що каркаси другого типу взагалі не руйнуються при випробуванні (рис. 6.21 б). Так, найменші значення для каркасів 1 типу, супроводжується повним руйнуванням каркасів (рис. 6.21 а). Каркаси 3 типу деформуються за схемою, що схожа на деформацію каркасів 2 типу, що пояснюється тим, що вони мають однакову орієнтацію комірок по вісі у, яка відповідає руху копра, однак

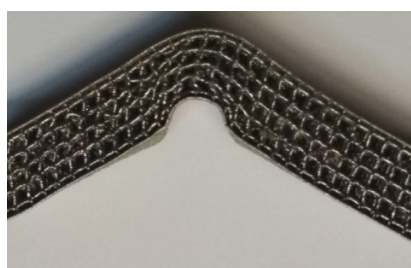
відмінність орієнтації комірок по інших осях приводить до часткового руйнування каркасів 3 типу (рис. 6.21 в)

Таблиця 6.9 – Ударна в'язкість 3 D каркасів різного типу

Тип каркасу	1	2	3
КСВ, Дж/см ²	13,5	23,2	22,1



а



б



в

Рисунок 6.21 – Зображення 3 D каркасів після випробувань на ударну в'язкість різних типів: а – 1 тип, б – 2 тип, в – 3 тип

Деформація каркасів другого типу без руйнування пов'язано з тим, що при паралельному розташуванні комірок до осей x , y , z забезпечує поступову деформацію при ударі, тобто конфігурація комірок каркасу 2 типу забезпечила високі демпфуючі властивості матеріалу.

Таким чином, результати випробувань механічних характеристик 3 D пористих каркасів, показало, що орієнтація елементарних комірок в об'ємі матеріалу, визначає відмінність значень меж пропорційності, плинності, модуля пружності та ударної в'язкості. Відмінність характеристик обумовлено характером деформації каркасів: при умові дискретної (поступової) деформації утворюючих комірок, можна забезпечити високі механічні характеристики матеріалів з великою роботою деформації. Моделювання процесу деформації каркасних матеріалів може дозволити

оптимізувати геометричні параметри та кут орієнтації елементарних комірок, що забезпечить створення композитів із високими механічними властивостями.

6.3 Вплив геометричних параметрів складових просочених 3D каркасів на основі заліза на механічні властивості матеріалів

Оцінку механічних характеристик композитів на основі Fe – Al проводили на 3 D каркасах з різним типом орієнтації елементарних комірок (описаних в п. 6.2), просочених розплавом на основі алюмінію марки АК7.

За результатами чотириточкового згину просочених 3 D каркасів у пружній зоні було визначено модулі пружності (табл. 6.10).

Таблиця 6.10 – Модулі пружності просочених 3 D каркасів при чотириточковому згині

Тип каркасу	1	2	3
Модуль пружності, ГПа	56,5	57,8	66,2

Просочування 3 D каркасів розплавом алюмінію забезпечило збільшення модуля пружності в 2,5 – 3 рази з 17 – 23 ГПа до 56,5 – 66, 2 ГПа. Слід відмітити, що композит не наслідує залежність значень модуля пружності пористих каркасів від типу орієнтації комірок. Якщо у пористих каркасів найбільші значення модуля пружності спостерігалися для каркасів 2 і 1 типу (20 – 23,9), а найнижчі у каркасів 3 типу (17,2 ГПа), то після просочування ситуація змінилась: найбільші значення модуля пружності у каркасів саме 3 типу – 66,2 (табл. 6.10). Тобто алюмінієва матриця зміцнює

залізний каркас, що має більш складну орієнтацію елементарних комірок, а саме їх розташування до осей x та z під кутом 45° .

Дослідження міцності при розтягуванні просочених 3 D каркасів показало, що як і у випадку з модулем пружності, найбільші значення міцності при розтягуванні спостерігаються у каркасів 3 типу – 125 МПа (рис. 6.22, табл. 6.11).

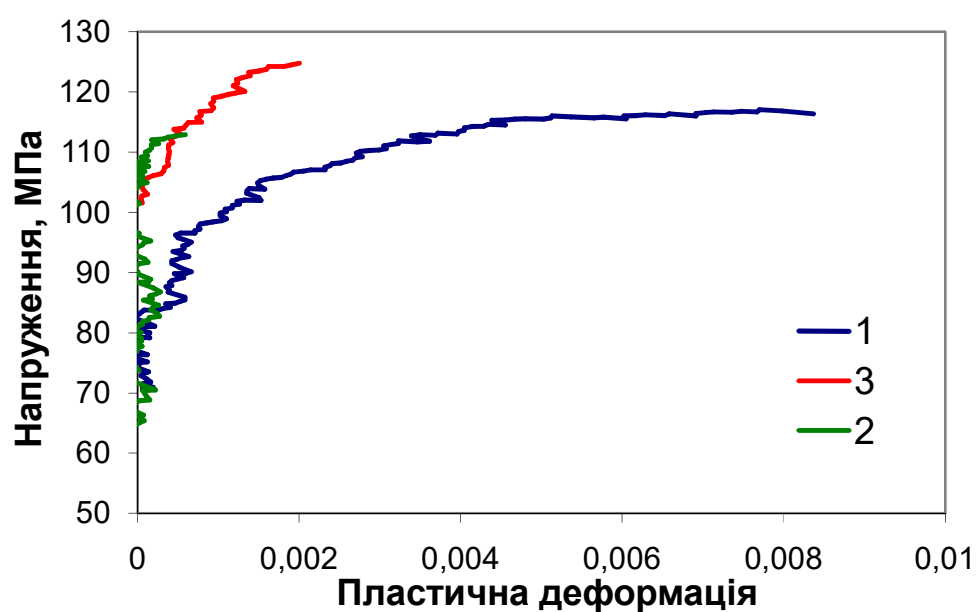


Рисунок 6.22 – Діаграма напруження – деформація просочених 3 D каркасів при розтягуванні

Таблиця 6.11 – Характеристики міцності при розтягуванні просочених 3 D каркасів

Тип каркасу	σ_{001} МПа	σ_{02} МПа	σ_v МПа	$\delta_{\text{рівн}}$ %	$\delta_{\text{заг}}$ %	$S_{\text{руйн}}$ МПа	e -	ψ %
1	83	113	117	0,77	0,84	119	0,03	2,5
2	109	110	113	0,05	0,06	114	0,01	0,5
3	105	124	125	0,20	0,20	128	0,02	2,3

Результати випробувань просочених 3 D каркасів при розтягуванні підтвердили, що для каркасів із більш складним орієнтуванням елементарних комірок (1 та 3 тип) спостерігаються більш високі значення межі міцності та плинності (табл. 6.11). При цьому такі каркаси мають значно більшу пластичність, особливо каркаси 1 типу, пластична деформація сягає значень 84 %, що пояснюється тим, що елементарні комірки розташовані під кутом 45° до всіх трьох осей. За схожою схемою деформуються каркаси 3 типу, оскільки вони мають нахил під кутом 45° до осей x та z.

За результатами фрактографічних досліджень зламів просочених 3 D каркасів після розтягування можна зробити висновок, що композити руйнуються за механізмом в'язкого руйнування (рис. 6.23 – 6.25).

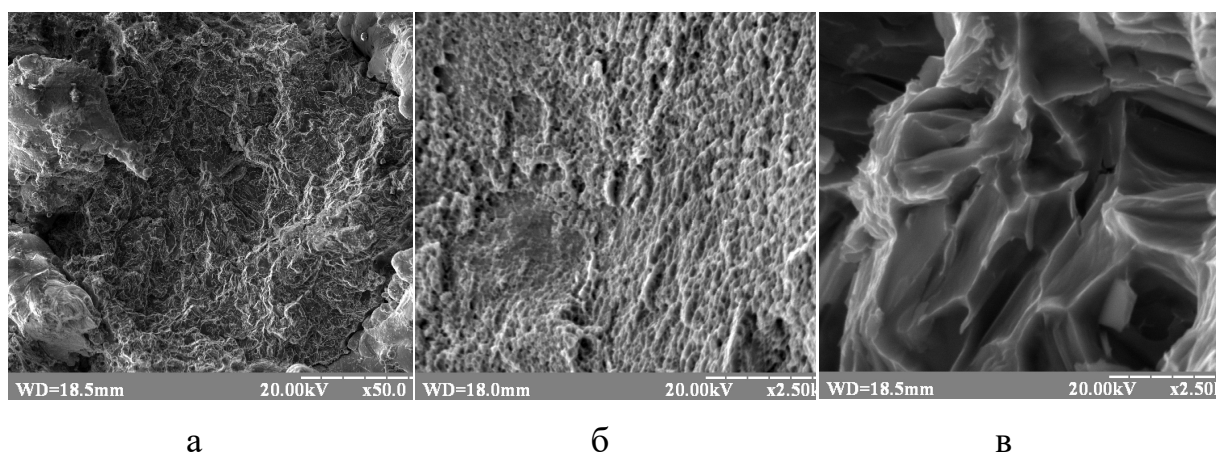


Рисунок 6.23 – Фрактографії зламу просочених 3 D каркасів після розтягування 1 типу: а – композит при збільшенні $\times 50$, б – залізний каркас $\times 2500$, в – алюмінієвий сплав $\times 2500$

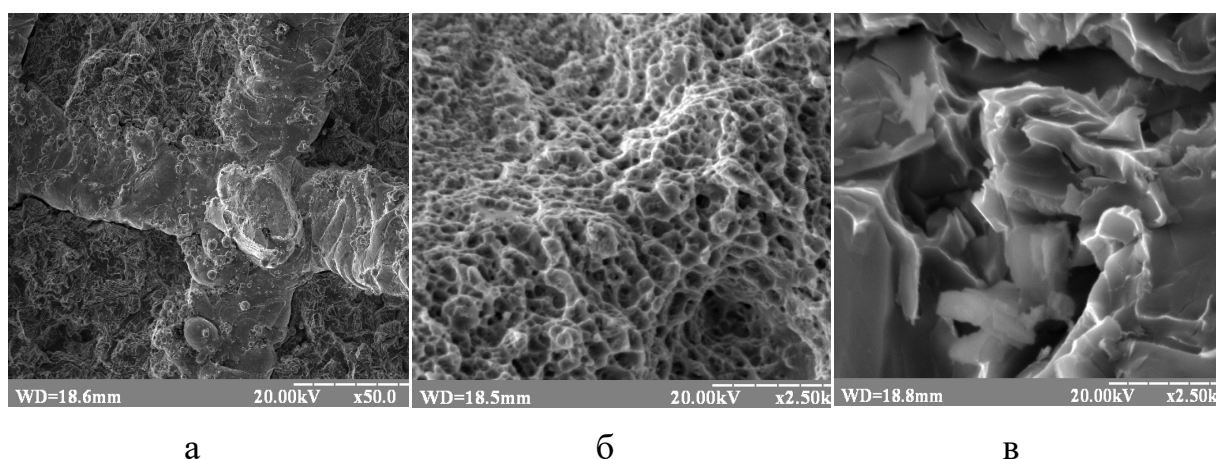


Рисунок 6.24 – Фрактографії зламу просочених 3 D каркасів після розтягування 2 типу: а – композит при збільшенні x50, б – залізний каркас x2500, в – алюмінієвий сплав x2500

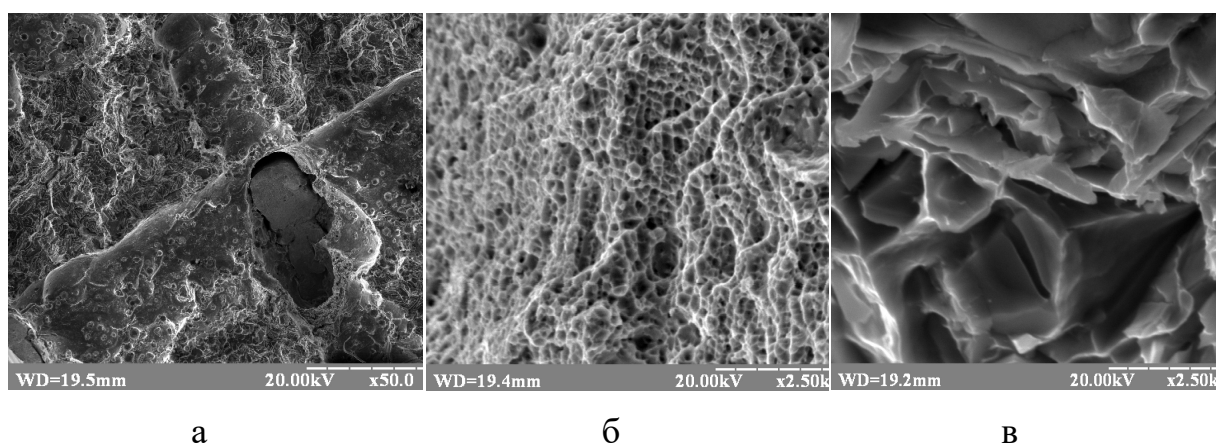


Рисунок 6.25 – Фрактографії зламу просочених 3 D каркасів після розтягування 3 типу: а – композит при збільшенні x50, б – залізний каркас x2500, в – алюмінієвий сплав x2500

Якщо проаналізувати фрактографії зламів то можна побачити, що структура залізних каркасів всіх трьох типів представляє собою ямковий мікрорельєф характерний для в'язкого руйнування. Проте каркаси 2 та 3 типу мають рівно вісні ямки, які утворюються в результаті рівномірного розтягування при нормальному відриві (рис. 6.24 б і 6.25 б). Структура залізного каркасу 1 типу представляє собою витягнуті ямки (рис. 6.23 б),

що витягнуті в напрямку руйнування. Утворення витягнутих ямок викликане в результаті дії дотичних напружень при коалесценції мікропустот по схемі зсуву, що може бути пов'язано із складною орієнтацією комірок каркасу 1 типу. Саме такий характер руйнування може бути причиною найбільшої в'язкості порівняно із іншими типами 3 D каркасів.

Структура зламу алюмінієвого сплаву є характерною для сплавів, що перегрівали та швидко охолоджували, особливості технології просочування каркасів фактично відповідають умовам гартування. Тому, мікрорельєф алюмінієвого сплаву характеризується косими зламами, що обумовлено утворенням в'язких ямок під дією дотичних напружень. Слід зазначити, що структура алюмінієвого сплаву є однотипною для всіх 3 видів композитів, що цілком природно, оскільки процес інфільтрації проводили в однакових умовах. Тому відмінність характеру руйнування при розтягуванні зразків визначається виключно геометричними параметрами залізного 3 D каркасу, а саме кутами орієнтації елементарних комірок.

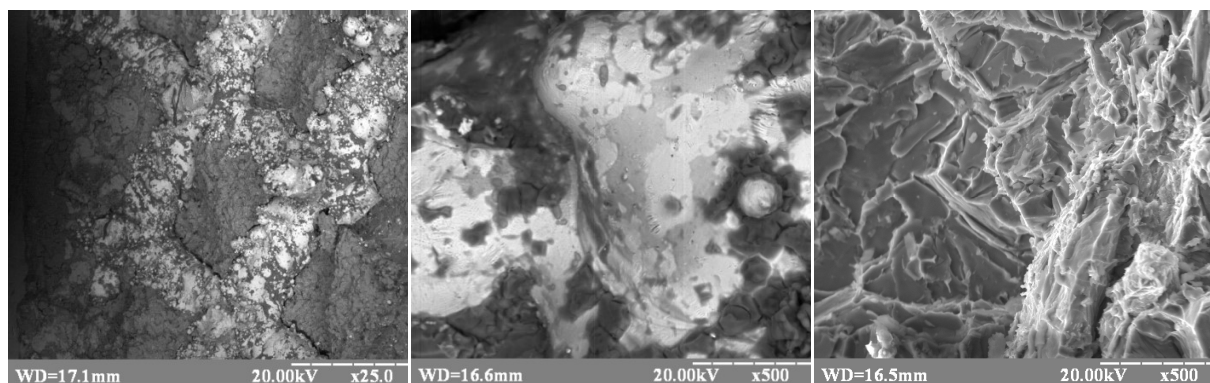
Дослідження ударної в'язкості просочених 3 D каркасів показало, що просочування змінило залежність величини значень ударної в'язкості, так само як і для модуля пружності і міцності. Якщо для пористих каркасів найбільші значення спостерігалися для каркасів 2 типу, то після просочування найбільші значення ударної в'язкості мають композити на основі каркасів 1 типу (табл. 6.12).

Таблиця 6.12 - – Ударна в'язкість композитів на основі 3 D каркасів різного типу

Тип каркасу	1	2	3
КСВ, Дж/см ²	32,3	26,5	25,7

Слід відмітити, що на відміну характеристик міцності та модуля пружності, просочування не збільшило принципово ударну в'язкість

композитів, що можна пояснити тим, що пористі каркаси мають кращі демпфуючі властивості ніж просочені. Пустоти між про шарками забезпечують поступову деформацію під час удару, що збільшує роботу деформації, після просочування та заповнення пустот алюмінієм руйнування відбувається одномоментно.

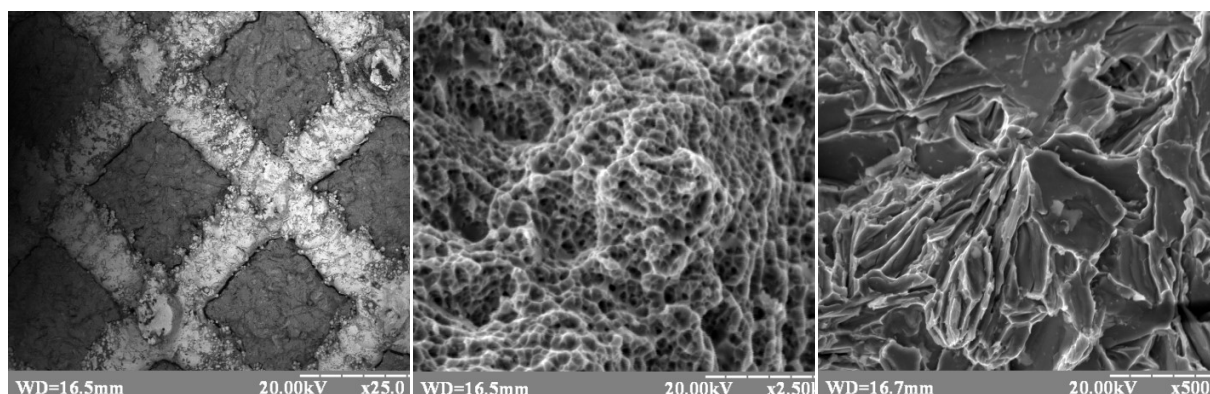


а

б

в

Рисунок 6.26 – Фрактографії зламу просочених 3 D каркасів після випробування на ударну в'язкість 1 типу: а – композит при збільшенні x25, б – залізний каркас x500, в – алюмінієвий сплав x500



а

б

в

Рисунок 6.27 – Фрактографії зламу просочених 3 D каркасів після випробування на ударну в'язкість 2 типу: а – композит при збільшенні x25, б – залізний каркас x2500, в – алюмінієвий сплав x500

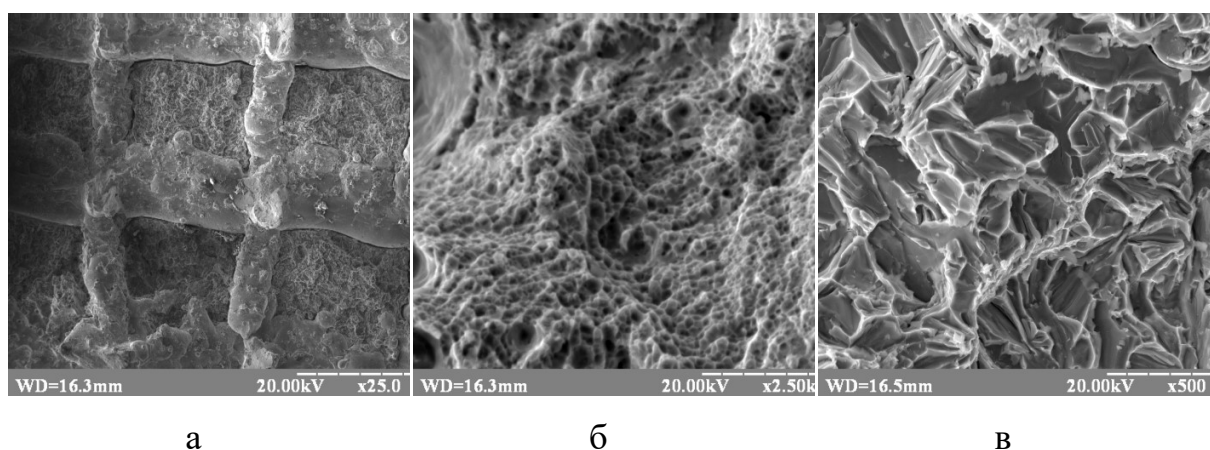


Рисунок 6.28 – Фрактографії зламу просочених 3 D каркасів після випробування на ударну в'язкість 3 типу: а – композит при збільшенні x25, б – залізний каркас x2500, в – алюмінієвий сплав x500

Аналіз фрактографії зламів після випробувань композитів на ударну в'язкість показав, що структура залізних каркасів 2 та 3 типу (рис. 6.27 б і 6.28 б) має ямковий мікрорельєф, як і при розтягуванні, структура сплаву алюмінію у всіх композитах характеризується наявністю ліній відколу, що обумовлено локальним характером деформації, яка відбувається вздовж площин ковзання в зернах сплаву АК7 (рис. 6.26 в, 6,27 в і 6.28 в). Дещо відмінну структуру зламу має залізний каркас 1 типу (рис. 6.26 б), на залізному каркасі можна спостерігати залишки сплаву АК7, тобто адгезія алюмінієвого сплаву до каркасу 1 типу вище ніж у каркасів 2 та 3 типів. Це пояснюється складною орієнтацією комірок каркасу, що забезпечує краще механічне з'єднання розплаву з каркасом після інфільтрації, відповідно каркаси 1 типу мають більшу ударну в'язкість.

6.4 Вплив термічної обробки просочених 3D каркасів на основі заліза на механічні властивості матеріалів

Наступним етапом досліджень було вивчення впливу термічної обробки просочених 3 D каркасів на механічні властивості композитів.

Оскільки процес інфільтрації відбувається в умовах швидкого охолодження розплаву алюмінію після перегріву, тобто практично супроводжується гартуванням сплаву АК7, необхідно встановити вплив стабілізуючої термічної обробки на механічні властивості матеріалів на основі просочених 3 D каркасів.

Проводили нагрів 3 типів каркасів при температурах 150 та 300 °C протягом 1 години у середовищі водню. Вибір температури обумовлено насамперед режимами термічної обробки алюмінієвих сплавів для яких проводять процеси старіння за температури 150 °C [319], а також процеси термоциклювання при температурах 250 – 450 °C для збільшення пластичності [320].

Враховуючи, що у подвійних сплавів системи Al – Si відсутні інтерметалідні сполуки (рис. 6.29), ефект зміцнення внаслідок виділення вторинних фаз є не значним, через що дані сплави відносяться до таких, що термічно не зміцнюються.

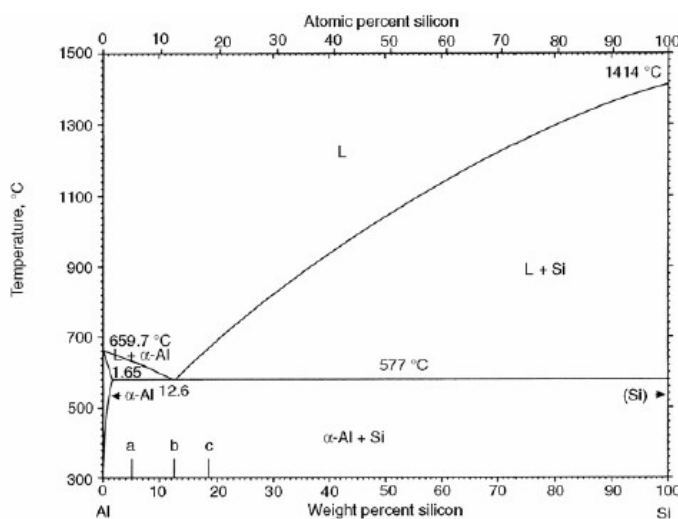


Рисунок 6.29 – Діаграма стану системи Al – Si [232].

Саме тому у виробничій практиці не проводять гомогенізуючих відпалів для подвійних сплавів типу АК. Проте, відпал композитів, що

складаються із залізного каркасу та алюмінієвої матриці може дозволити зняти мікронапруження, що утворились в результаті швидкого охолодження в процесі інфільтрації та збільшити пластичність матеріалів.

Дослідження механічних властивостей композитів на основі просочених 3 D каркасів показало, що найбільші значення міцності мають зразки на основі каркасів 1 типу (рис. 6.30). Дані композити мають також найбільшу пластичність порівняно з іншими типами 3 D каркасів.

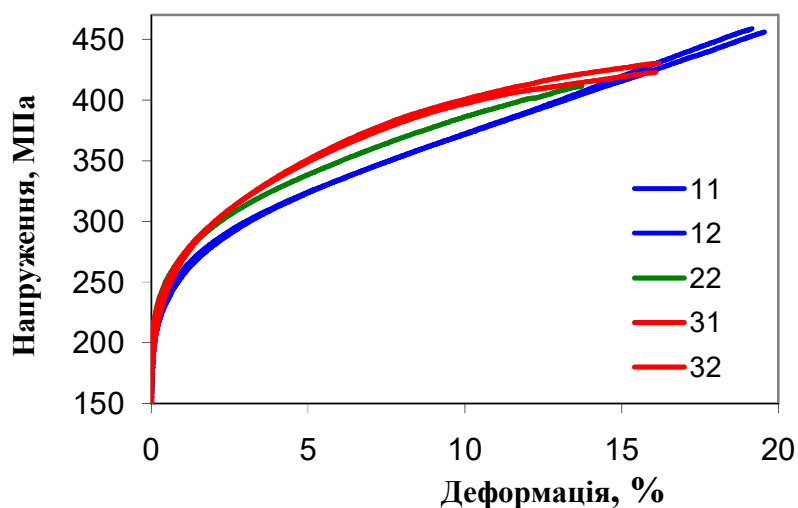


Рисунок 6.30 – Діаграма напруження - деформація композитів на основі 3 D каркасів при стисненні

Відпал композитів при температурах 150 та 300 °С частково змінив механічні властивості матеріалів на основі 3 D каркасів (рис. 6.31, 6.32, табл. 6.13).

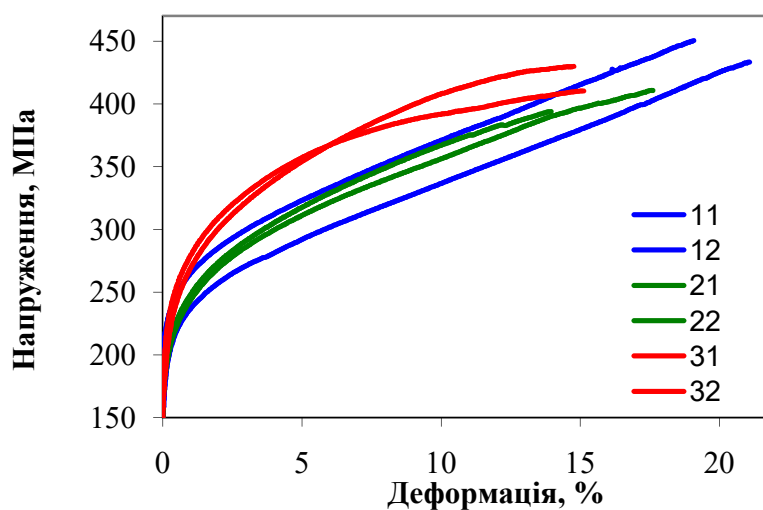


Рисунок 6.31 – Діаграма напруження - деформація композитів на основі 3 D каркасів при стисненні після відпалу при 150 °С

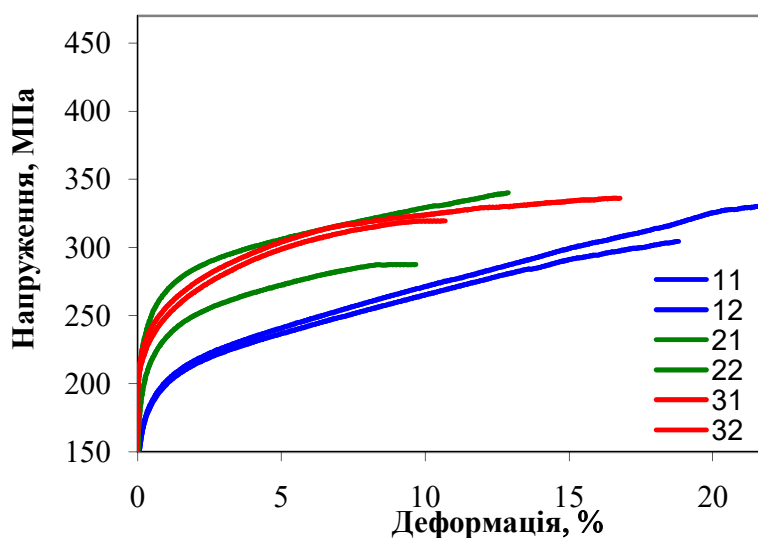


Рисунок 6.32 – Діаграма напруження - деформація композитів на основі 3 D каркасів при стисненні після відпалу при 300 °С

Аналіз механічних властивостей композитів показав, що відпал при температурі 150 °С практично залишив механічні характеристики вихідних матеріалів на тому ж рівні в межах 402 – 450 МПа (табл. 6.13), однак пластичність для всіх трьох типів каркасів збільшилась (рис. 6.31). Відпал

композитів при температурі 300 °С привів до зниження механічних властивостей всіх трьох типів каркасів до 313 – 327 МПа, тобто практично на 100 МПа (табл. 6.13).

Таблиця 6.13 – Механічні властивості композитів на основі просочених 3 D каркасів після різних температур відпалу

Температура відпалу, °С	Міцність при стисненні $\sigma_{ст}$, МПа		
Тип каркасу	1	2	3
20	457,8	387,9	426,3
150	441,9	402,4	420,1
300	317,4	313,8	327,9

Зміну механічних властивостей композитів можна пояснити наступним, відпал приводить до зміни мікронапружень матеріалу, відповідно відпал при 150 °С зменшив мікронапруження як в залізі так і в алюмінії (табл. 6.14), в свою чергу відпал при 300 °С збільшив мікронапруження фаз.

Таблиця 6.14 - Фазовий склад та напруження у фазових складових композитів Fe-Al

Температура, °С	Фазовий склад, %			Розмір кристалітів, А			Напруження в фазі, МПа	
	Fe	Al	Si	Fe	Al	Si	Fe	Al
Вихідний	15,9	74,3	9,8	90(21)	500(97)	128(2)	-2505,31 ((±)1382,51)	-181,27 ((±)94,55)
150	12,9	79,2	8,5	264(46)	808(68)	398(46)	-2138,62 ((±)720,32)	-179,17 ((±)99,39)
300	12,3	83,2	5	2175(947)	583(97)	566(72)	2537,38 ((±)1470,15)	206,15 ((±)186,92)

Результати рентгеноструктурного аналізу, також показало, що після відпалу при 300 °С спостерігається зсув піків в сторону більших кутів, що пояснюється збільшенням параметрів ґратки алюмінію, до того ж збільшується інтенсивність піків, що підтверджує збільшення мікронапружень в матеріалі (рис. 6.34).

Іншою причиною зменшення механічних властивостей композитів після відпалу при температурі 300 °С можна пояснити різницею в КТР заліза та алюмінію, так залізо практично не змінює свого КТР при нагріві 300 °С ($11,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) на відміну від алюмінію у якого КТР збільшується з $22,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ до $25,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [321]. Відповідно зміна КТР приводить до погіршення контакту між алюмінієвою матрицею та залізного каркасу, що підтверджують результати металографічного аналізу структур композитів (рис. 6.35).

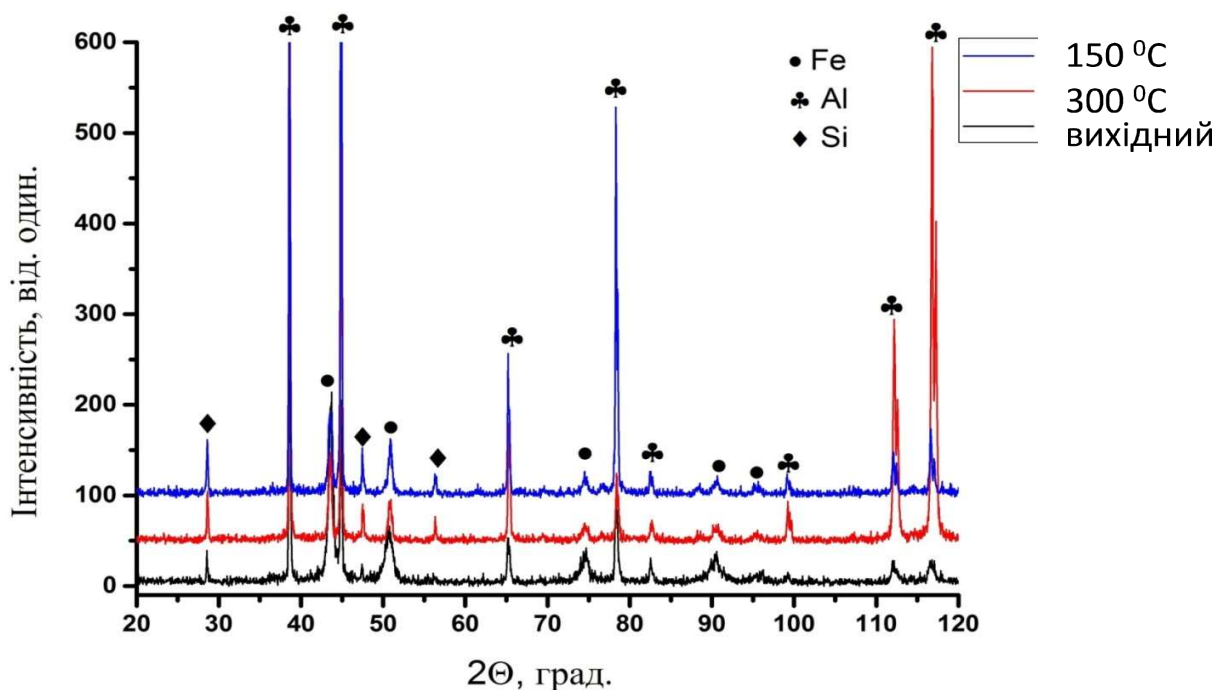


Рисунок 6.34 – Спектри рентгенівської дифракції композитів на основі просочених 3 D каркасів після різних режимів термічної обробки

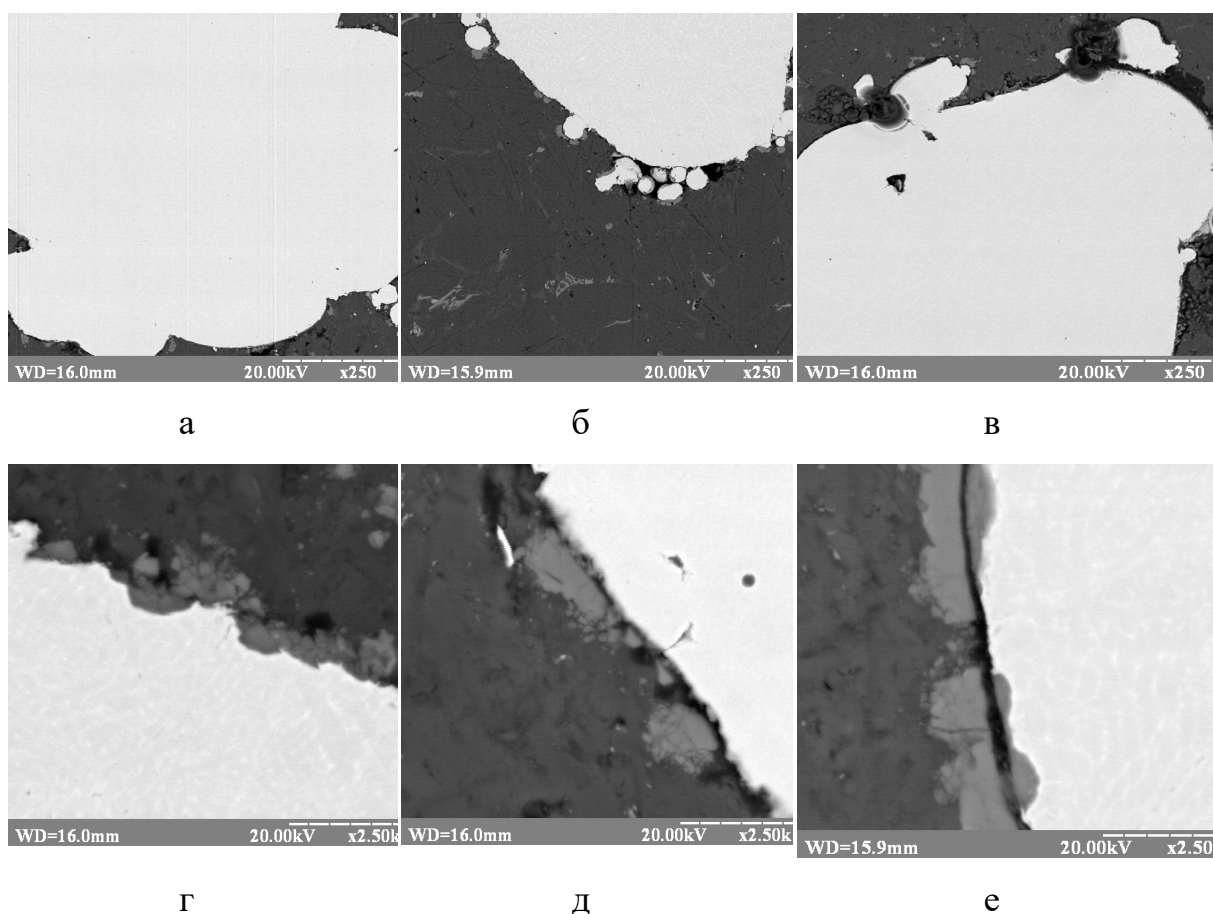


Рисунок 6.35 – Структура композитів на основі просочених 3 D каркасів після різних режимів термічної обробки: а, г – вихідні, б, д – після 150 °С, в, е – після 300 °С

Як показали результати металографічного аналізу відпал при температурі 150 °С практично не змінив структуру композитів на основі просочених 3 D каркасів, збільшення температури відпалу до 300 °С приводить до часткового відокремлення алюмінієвої матриці від залізного каркасу, що вплинуло на зниження механічних властивостей композитів.

Таким чином, результати дослідження впливу термічної обробки на механічні властивості композитів показали, що відпал в діапазоні температур 150 – 300 °С не доцільний, оскільки найвищі характеристики міцності в композитах системи Fe – Al досягаються саме при інфільтрації

каркасів розплавом алюмінію, що відповідає процесу гартування сплаву АК.

6.5 Аналіз механічних властивостей пористих 3D каркасів на основі заліза методом скінченних елементів за допомогою програми ANSYS

Важливим прикладним завданням є прогнозування характеристик, зокрема механічних властивостей, одержаних комірчастих структур. Одним з поширених способів, що описують негомогенні матеріали та визначення ефективних або гомогенізованих значень властивостей є застосування оберненої задачі методу скінчених елементів.

Середовищем імітаційного моделювання методом скінчених елементів було обрано поширений прикладний програмний пакет ANSYS 19R1 Academic Edition. Побудова тривимірної моделі пористого залізного 3D каркасу в системі ANSYS дозволяє проводити аналіз механічних характеристик та напружено-деформованого стану матеріалу при навантаженні.

Спочатку 3D твердотільну модель була створена у програмі для моделювання PTCCreo. Далі було видалено зайві безпористі частини моделі та її перенесення у середовище ANSYS. Наступним кроком було зменшення робочого об'єму моделі для спрощення розрахунків під час деформації моделі, та вузловий розділ 3D моделі. Було задано параметри 3D пористого залізного каркасу з урахуванням розмірів утворюючих ґраток та об'єму пор (рис. 6.36).

Details of "Structural Steel"	
[-] Common Material Properties	
Density	7850,0 kg/m ³
Young's Modulus	2e+11 Pa
Thermal Conductivity	60,500 W/m·°C
Specific Heat	434,00 J/kg·°C
Tensile Yield Strength	2,5e+08 Pa
Tensile Ultimate Strength	4,6e+08 Pa
Nonlinear Behavior	False
Full Details	Click To View Full Details
[-] Statistics	
Assigned Bodies	1

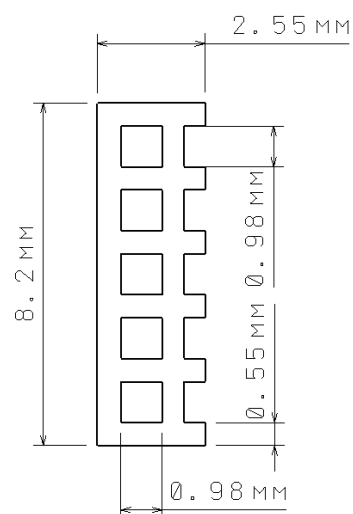


Рисунок 6.36 – Параметри матеріалу моделі

Було задано напрям прикладання сили до 3D моделі, з рисунку 6.37 видно, що сила була прикладена до торцевої сторони моделі, що відповідає площині XY, протилежна сторона була закріплена. Таким чином випробування проводилося на стиснення з прикладеною силою $F = 650$ Н вздовж осі Z.

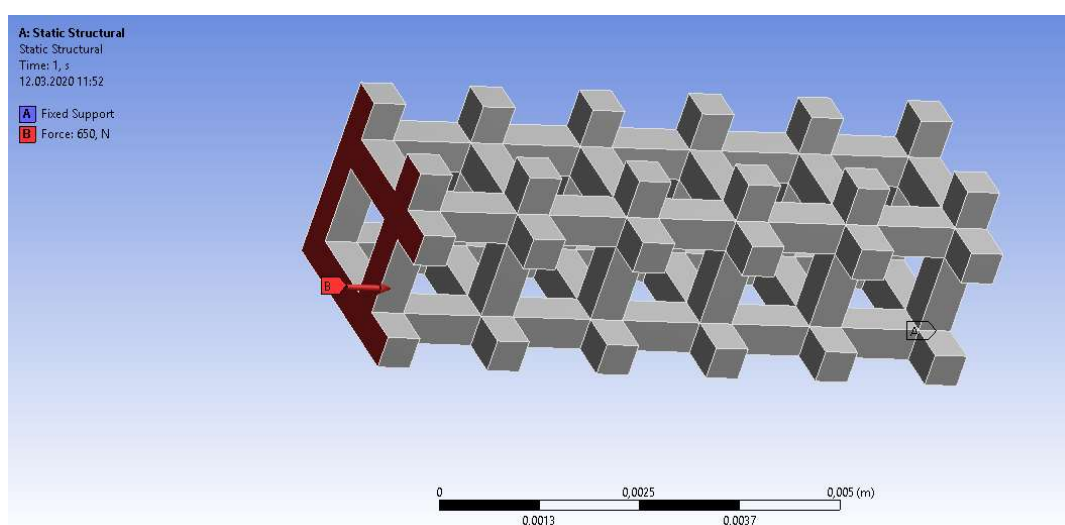


Рисунок 6.36 - Напрямок дії сили навантаження на 3D модель

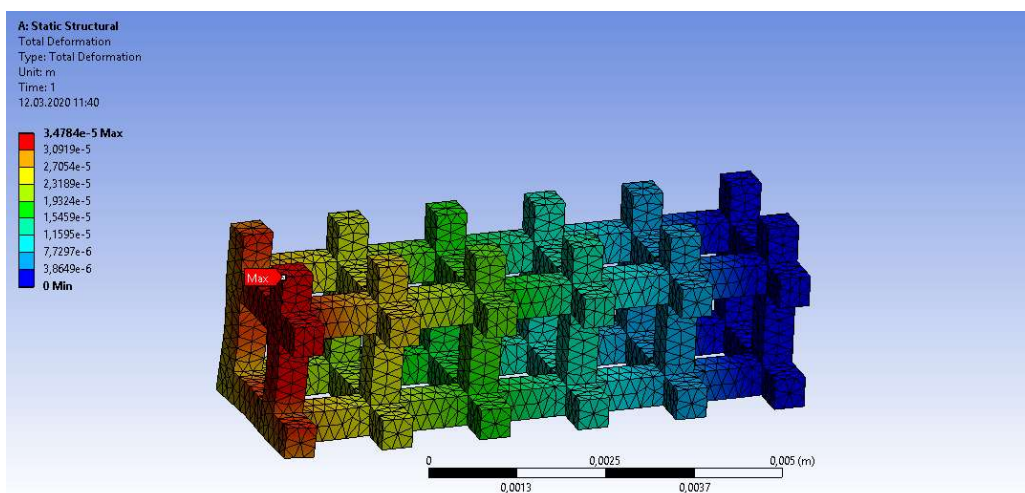


Рисунок 6.37 - Загальна деформація 3D моделі

Як показали результати обробки 3D моделі, максимальні деформації були досягнуті на площині прикладання сили і мають значення 0,0347 мм (рис. 6.37). Встановлено, що максимальні значення еквівалентних напружень знаходяться в тих же зонах, що і максимальні значення пружної деформації та мають значення 1,68 ГПа.

Аналіз зсувних напружень показав, що зсувна пружна деформація має найбільші значення 0,00187. Зони з максимальними показниками знаходяться на внутрішніх гранях вертикальних опорних балок, у місцях з'єднання з горизонтальними балками (рис. 6.38).

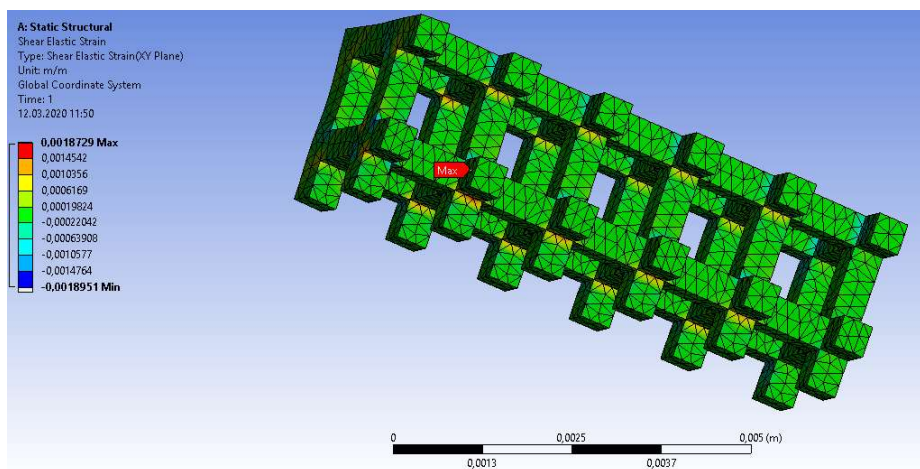


Рисунок 6.38 – Розподілення зсувних напружень 3D моделі

За результатами моделювання було розраховано ефективне значення модуля пружності (23,5 ГПа), який повністю відповідає експериментальним значенням, що підтверджує створення структури з ідеальними зв'язками (рис. 6.39).

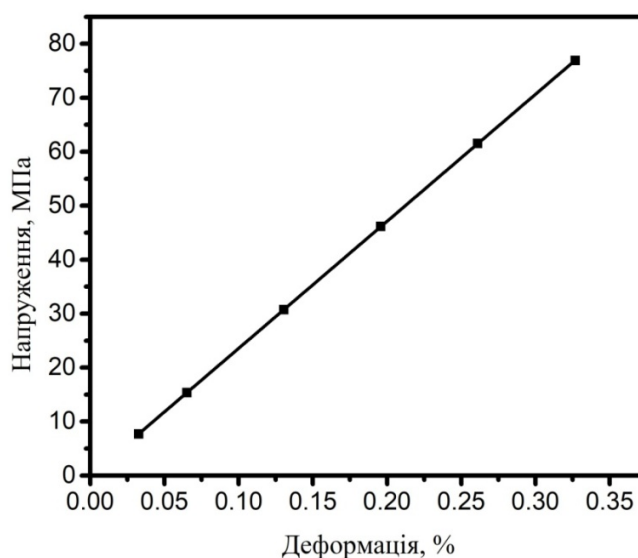


Рисунок 6.39 – Діаграма напруження – деформація 3 D моделі

6.6 Створення матеріалів електротехнічного призначення методом інфільтрації пористих каркасів на основі відходів металообробки

Одним із об'єктів, що виготовляють методом інфільтрації пористих каркасів є псевосплави на основі системи W–Cu, які мають широке застосування в електротехнічній промисловості завдяки комплексу унікальних властивостей, що дозволяє застосовувати їх в якості розривних контактів працюючих в умовах високої напруги та струму [322–324]. Для створення псевдосплавів використовують технології порошкової металургії, що забезпечують поєднання властивостей компонентів, які є несумісними між собою через високу різницю температур плавлення [325–

327]. До того ж, перевагою порошкового псевдосплаву є те, що такий матеріал може витрачати надлишок тепла, яке виділяється при горінні електричної дуги, на плавлення і випаровування легкоплавкого компоненту. При вмісті тугоплавкого компоненту більше 50 % є можливість формувати пористий каркас з наступною інфільтрацією легкоплавкої складової [328,329]. Проте, недоліком таких композитів є погана змочуваність міддю тугоплавких складових, через що стає необхідність додаткового введення до складу матеріалів елементів VIII групи Періодичної системи елементів: нікелю або кобальту [330, 331]. Введення даних елементів у вигляді чистих порошків значно підвищує собівартість таких матеріалів, тому більш доцільно використовувати відходи металообробки важких сплавів типу ВНЖ з певним співвідношенням вольфраму та нікелю.

Для створення композитів на основі пористих каркасів застосовували відходи сплаву ВНЖ у вигляді стружки та відходи міді у вигляді подрібненого дроту діаметром 0,2–0,3 мм [332]. Результати аналізу хімічного складу, проведеного на хімічному аналізаторі «Expert 3L», показали, що важкий сплав містить 92 % вольфраму та 5 і 3 % нікелю і залізу відповідно, що відповідає сплаву ВНЖ-5-3 (табл. 6.15).

Таблиця 6.15 – Хімічний склад стружки сплаву ВНЖ

№	Елемент	Масова частка, %
1	W	90.882±0.107
2	Ni	5.637±0.084
3	Fe	3.481±0.072

Стружку відсіювали на ситі з розміром комірок 0,63. Пористий каркас формували методом статичного пресування у розбірній прес-формі діаметром 10,0 мм в діапазоні тисків 300 – 700 МПа. Як показали дослідження впливу тиску пресування на пористість каркасів, остання

знаходиться в межах 30–35 %, тобто практично не залежить від прикладеного тиску (рис. 6.40 (крива 2)). Це обумовлено характером деформації частинок стружки при стисненні, яка формується у міцний каркас вже при низьких тисках. Каркаси із важкого сплаву попередньо спікали при температурі 1200 °С у середовищі водню протягом 1 години для відновлення оксидних плівок та видалення залишків ЗОЖ. Низькотемпературне спікання приводить до незначного зростання пористості на 1–2 %, що пов'язано із зменшенням ваги каркасів внаслідок відновлення (рис. 6.40 (крива 1)).

Враховуючи об'єм пор каркасів на основі сплаву ВНЖ із відходів міді, які представляють собою подрібнений дріт діаметром 0,3 мм, було сформовано пресовки при тиску 300 МПа. Мідні пресовки встановлювали на каркаси із сплаву ВНЖ і проводили інфільтрацію при температурі 1200 °С протягом 30–40 хв. В результаті після просочування брикетів спресованих при тисках 500–700 МПа було отримано беспористі композити (рис. 6.40 (крива 3)).

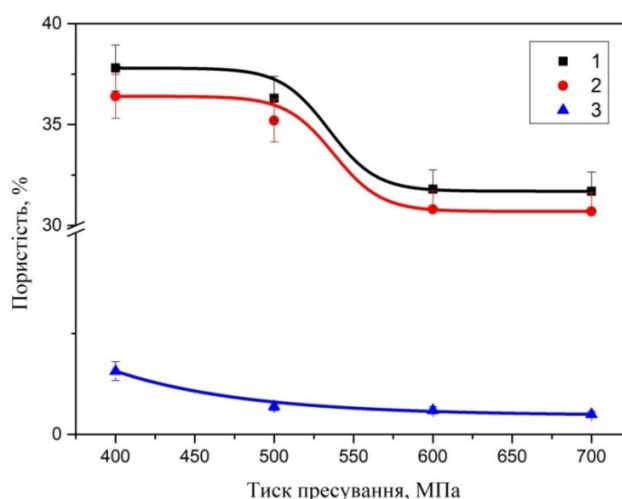


Рисунок 6.40 – Залежність пористості брикетів від тиску пресування: 1– після пресування та спікання; 2 – після пресування; 3 – після просочування розплавом міді

Результати дослідження макроструктури композитів показали, що після просочування брикетів утворюється каркасна структура із сплаву ВНЖ з прошарками міді (рис. 6.41).

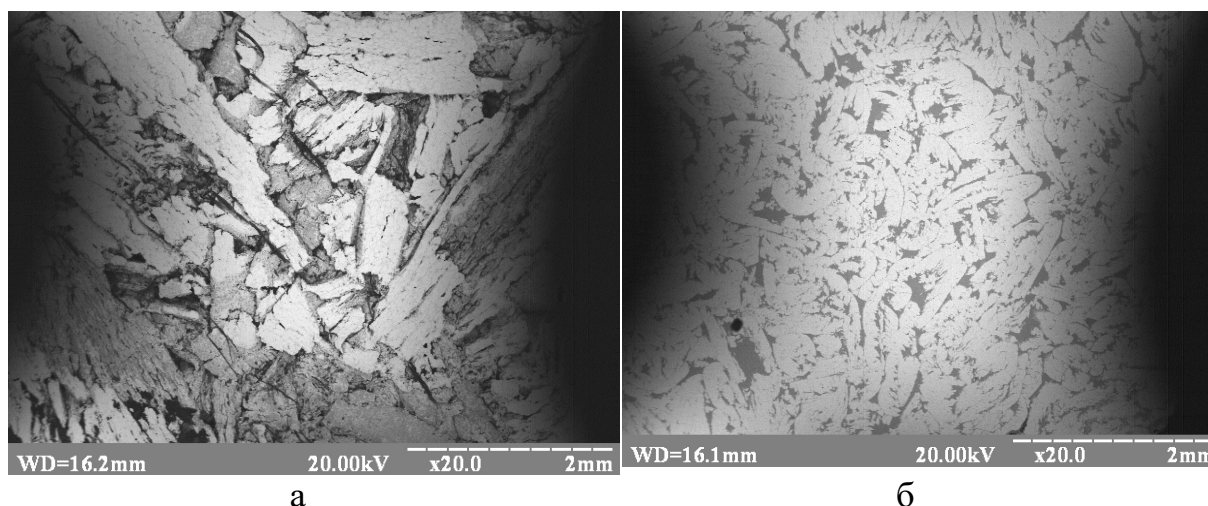


Рисунок 6.41 – Макроструктура композиту на основі ВНЖ: а – вихідний каркас сплаву ВНЖ; б – каркас сплаву ВНЖ після просочування міддю

Мікрорентгеноспектральний аналіз отриманого композиту, проведеного за допомогою скануючого електронного мікроскопу SELM-106, показав, що структура композиту складається переважно із трьох різних складових (рис. 6.42, табл. 6.16). Основна частина матеріалу складається із вольфраму з незначною кількістю розчинених нікелю та заліза (близько 2 %). Мідь провзаємодіяла із матеріалом каркасу та розчинила близько 12 % нікелю та близько 1 % залізу. Третя складова, що розташована на границі між каркасом та міддю складається із вольфраму та значної кількості нікелю (майже 25 %) і залізу (близько 18 %). Високий вміст нікелю та залізу на границі розподілу каркасу та мідного розплаву підтверджує взаємодію між сплавом ВНЖ та міддю, що забезпечило хорошу адгезію між складовими композиту.

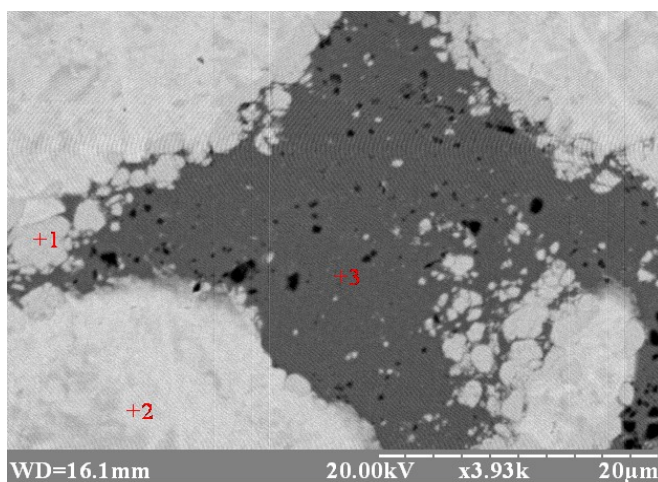


Рисунок 6.42 – Мікроструктура композиту із сплаву ВНЖ просоченого міддю

Таблиця 6.16 – Хімічний аналіз матеріалу

№	Масова частка, %			
	W	Ni	Cu	Fe
1	57,5 1	24,3 6	0	17,7 6
2	94,9 1	2,09	0	2,41
3	0	12,7 8	86,1 6	1,04

Таблиця 6.17 – Мікротвердість фаз композиту при навантаженні 50 г

№	H _v , ГПа
1	3,56±0,2
2	4,52±0,1
3	1,63±0,2

Мікротвердість фазових складових композиту, яка визначалась на автоматичному приладі MHV-1000, також показала відмінність значень між трьома фазами, при цьому слід зазначити високі значення для фази №3 – $1,63 \pm 0,2$ ГПа (табл. 6.17). Високі значення мікротвердості для фази №3, яка складається переважно із міді, пояснюється утворенням твердих розчинів нікелю в міді, що підтверджують результати рентгенофазового аналізу. Дифрактограми обробляли з використанням пакету програм RIR та Рієтвельда (рис. 6.43).

Аналізуючи дифрактограму, можна побачити що лінії, як вольфраму так і міді уширені та зсунуті в бік менших кутів (рис. 6.43). Дана поведінка ліній дифракції свідчить про можливе утворення твердих розчинів на їх основі.

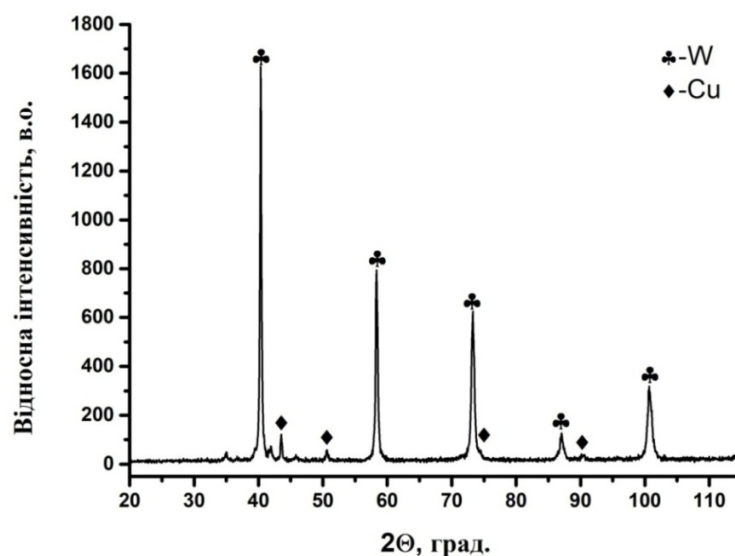


Рисунок 6.43 – Спектри рентгенівської дифракції композиту на основі каркасу із сплаву ВНЖ просоченого міддю

У випадку вольфраму де розчинені атоми нікелю та заліза, які мають менший атомний радіус 124пм та 126пм відповідно, у порівнянні з 141пм для вольфраму, призводять до зсуву ліній в бік менших кутів (рис. 6.44 а, б).

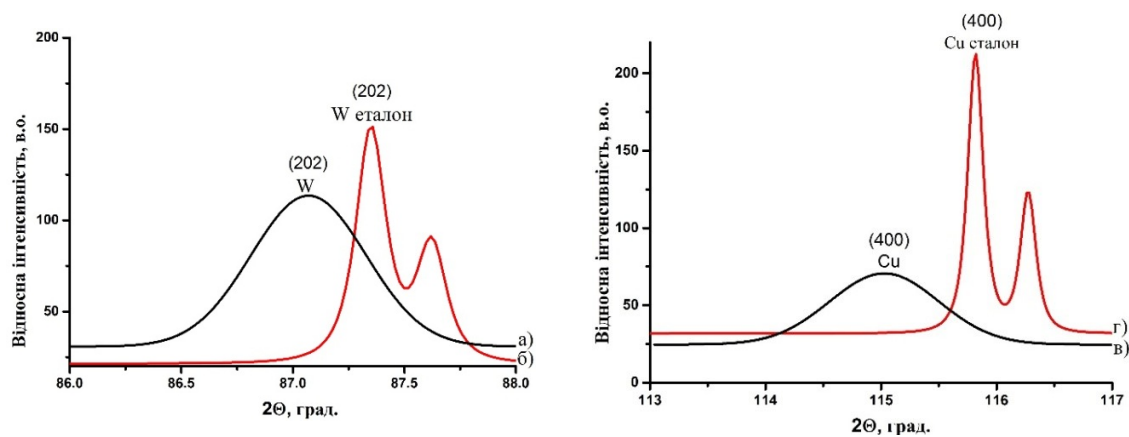


Рисунок 6.44 – Часткове зображення лінії дифракції вольфраму (а,б) та міді (в,г) та порівняння їх з еталонними

Схожий ефект спостерігається в міді (128 пм) де в ній присутність менших атомів заліза та нікелю приводять до здвигу та уширенню ліній (рис. 6.44 в, г).

Визначення електричних властивостей композиту, проведених на одинарно-подвійному мості постійного струму РЗОО9 показало, що вихідний каркас має питомий електричний опір 18,0–18,5 мкОм, а після просочення міддю близько 6,0–6,5 мкОм. Тобто отриманий композит має достатньо високу електропровідність, що обумовлено характером каркасної структури в якій мідь розташована безперервними ланцюгами.

Оскільки однією з основних експлуатаційних характеристик для розроблених композитів є ерозійна стійкість, було проведено їх випробування на спеціальному стенді. Випробування електричної ерозії проводили на повітрі при струмі 3кА при відстані між електродами 2 мм, за стандартною методикою, що була відпрацьована для електротехнічних сплавів на основі міді [333]. Результати випробувань показали, що розроблений композиційний матеріал втрачає вагу при утворенні електричної дуги при різній кількості циклів (від 10 до 50) на рівні стандартних псевдо сплавів типу МВ70 та КМК-Б25 [334], які мають таке ж співвідношення між вольфрамом та міддю, а саме 70/30 (табл. 6.18).

Таблиця 6.18 – Випробування ерозійної стійкості композиту на основі каркасу із сплаву ВНЖ просоченого міддю.

Кількість циклів	10	20	30	40	50
Втрата ваги, г					
Розроблений	0,4531	0,9024	1,7361	2,4253	2,7852
МВ70 ^[333]	—	1,101	—	2,579	2,984

В результаті досліджень було відпрацьовано технологію створення вольфрам мідних сплавів із відходів металообробки у вигляді стружки. Показано можливість створення беспористих композитів шляхом

інфільтрації міддю пористих каркасів сплаву ВНЖ. Результати роботи можуть бути використанні при створенні сильно струмових контактів із відходів металообробки, що значно здешевлює такі матеріали.

6.7 Висновки

1. Досліджено процеси інфільтрації пористих залізних каркасів отриманих методами порошкової металургії, в тому числі із застосуванням технологій 3D друку, розплавом на основі алюмінію в умовах градієнту тиску. Встановлено мінімальний розмір пор (400 мкм), що забезпечують повне заповнення пористого каркасу розплавом на основі алюмінію.

2. Показано можливість створення композитів системи залізо–алюміній без утворення хімічних сполук. Відсутність хімічних сполук в системі Fe–Al в умовах просочування, пояснюється кінетикою процесу, час просочування не перевищує декілька секунд, через що компоненти не встигають прореагувати між собою.

3. Дослідження механічних властивостей біметалевих матеріалів показало, що завдяки обичайці із пластичного алюмінію, зразки деформуються при значно більших навантаженнях із досягненням міцності 745 - 750 МПа.

3. Встановлено вплив допресування на збільшення механічних властивостей композитів на основі 3D каркасів, що пояснюється декількома причинами: перша – при допресовці відбувається деформаційне зміцнення алюмінію, друга – допресовка прибирає пустоти між каркасом і алюмінієм, третя - допресовка приводить до стоншення і фрагментації інтерметалідного прошарку на границі між залізним каркасом і алюмінієм.

4. Вперше встановлено вплив типу пористої 3D каркасної структури, а саме орієнтацію елементарних комірок, на характер деформації композитів системи залізо – алюміній. Результати випробувань механічних

характеристик 3 D пористих каркасів, показало, що орієнтація елементарних комірок в об'ємі матеріалу, визначає відмінність значень меж пропорційності, плинності, модуля пружності та ударної в'язкості. Відмінність характеристик обумовлено характером деформації каркасів: при умові дискретної (поступової) деформації утворюючих комірок, можна забезпечити високі механічні характеристики матеріалів з великою роботою деформації.

5. Встановлено, що після інфільтрації композит не наслідуює залежність механічних властивостей пористих каркасів від типу орієнтації комірок. Так, для просочених каркасів найбільші значення міцності спостерігаються для 3 D каркасів, що мають складну орієнтацію елементарних комірок, а саме їх розташування до осей x та z під кутом 45° до напрямку навантаження. Складна орієнтація елементарних комірок забезпечує в'язкий механізм руйнування матеріалів, що обумовлено кращою адгезією алюмінію до залізного каркасу та результатом дії дотичних напружень при руйнуванні по схемі зсуву.

6. Досліджено вплив термічної обробки на механічні властивості композитів залізо - алюміній, встановлено, що відпал за температури 150°C приводить до зменшення мікронапружень матеріалу, в свою чергу відпал при 300°C збільшив мікронапруження фаз, що відповідним чином змінило механічні властивості. Показано, що механічні властивості композитів після інфільтрації мають високі значення міцності при задовільній пластичності, що обумовлено процесами гартування при просочуванні.

7. Показано можливість створення беспористих композитів шляхом інфільтрації міддю пористих каркасів сплаву ВНЖ. Результати роботи можуть бути використанні при створенні сильно струмових контактів із відходів металообробки, що значно здешевлює такі матеріали.

ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

1. За результатами дослідження кінетики процесу формування покриттів міді та кобальту на залізному порошку, встановлено концентрація, температура, рН розчину, що дозволяє формувати рівнотовщинні покриття (12 – 18 мкм) на частинках порошку заліза. Встановлено вплив покриття на ступінь ущільнення порошків заліза. Доведено, що покриття із пластичної міді дозволяють знизити пористість пресовок на 5 – 7 %. Процес ущільнення задовільно описується рівняннями пресування і природа покриття може бути оцінена шляхом аналізу даних рівнянь. Застосування порошків заліза з покриттям кобальту дозволяє сформувати порошковий магнітно-м'який матеріал з високою щільністю та максимально високими магнітними характеристиками, що відповідають параметрам магнітопроводів для роботи у змінних полях промислової частоти.

2. Досліджено процес повторного ущільнення сумішей порошків заліза з добавками частинок графіту та порошку із твердих непластичних карбїду хрому, гїдриду титану, кремнію та гетерогенних сумішей порошків твердих сплавів (ВК, КХН), що складаються з частинок порошку пластичної та твердої крихкої складової. Встановлено, що допресовка призводить до підвищення міцності пресовок в 5 разів, що обумовлено підвищенням щільності, збільшенням контактів між зернами, а також частковим подрїбненням зерен. Встановлено основні фактори, що впливають на ефективність процесу консолїдації пресовок, до яких відноситься наявність внутрішнього та зовнішнього мастила, відпал, що знімає деформаційне зміцнення, залишкові напруження в матеріалі та гранулометричний склад частинок суміші. Показано ефективність застосування допресовки для створення порошкових магнітно-м'яких матеріалів на основі заліза з високим вмістом кремнію.

3. Встановлено можливість розробки гібридних схем ущільнення порошкових об'єктів шляхом поєднання пресування і допресовки методами вільного осадження. Порівняння пористості доущільнених брикетів з порошку заліза в жорстких матрицях з пористістю брикетів доущільнених вільним осадженням показало більшу ефективність останнього, що обумовлено вкладом деформацій зсуву в процес ущільнення. Показана доцільність доущільнення вільним осадженням багатошарових брикетів на прикладі залізграфітових зразків з різним вмістом графіту в шарах, що забезпечує градієнт властивостей.

4. Встановлено умови збільшення фізико-механічних властивостей порошкових матеріалів на основі залізу при вільному гарячому куванні, шляхом регулювання сил внутрішнього та зовнішнього тертя і ступенем зсуву при використанні обичайки, що забезпечує усунення міжчастинкових пор і подрібнення зерен матеріалу при зсувній деформації. Встановлено, що використання сталевोї обичайки дозволяє регулювати деформацію у радіальному напрямку порошкових композицій без їх руйнування при ущільненні гарячим куванням, що обумовлено високою взаємною адгезією зерен різного складу та дифузійним зв'язком у нових контактних зонах після кування. Результати досліджень показали перспективність переробки відходів металообробки із стружки ШХ-15 з використанням вільної гарячого кування із попереднім осадженням порошкових брикетів. Створено безпористі композити на основі стружки ШХ-15 із добавками різних компонентів з високою пластичністю, міцністю (1600 – 1700 МПа).

5. Показано можливість створення хімічної та фізичної досконалості міжзеренних границь шляхом орієнтування в просторі порових каналів каркасу отриманого селективним лазерним оплавленням. Встановлено вплив типу пористої 3D каркасної структури, а саме орієнтацію елементарних комірок на характер деформації. Результати випробувань механічних

характеристик 3 D пористих каркасів, показало, що орієнтація елементарних комірок в об'ємі матеріалу, визначає відмінність значень меж пропорційності, плинності, модуля пружності та ударної в'язкості.

6. Досліджено процеси інфільтрації пористих залізних каркасів отриманих методами порошкової металургії, в тому числі із застосуванням технологій 3D друку, розплавом на основі алюмінію в умовах градієнту тиску. Показано можливість створення композитів системи залізо–алюміній без утворення хімічних сполук, що забезпечується кінетикою процесу просочування. Доведено, що по мірі збільшення розміру пор, швидкість просочування зростає і при розмірі пор 400 мкм забезпечується повне просочування пресовок на висоту до 30 мм в умовах градієнту тиску.

7. В рамках дисертаційної роботи створено порошкові матеріали, що можуть широко використовуватися в якості конструкційних, триботехнічних, електротехнічних та матеріалів спеціального призначення. Розроблені магнітні матеріали на основі композиційних порошків для роботи у змінних полях промислової частоти, що мають низки втрати при перемагнічуванні при збереженні високих значень магнітних характеристик. Розроблено матеріали для високоструменевих контактів на основі відходів металообробки важких сплавів просочених міддю, що мають ерозійну стійкість на рівні промислових псевдо сплавів. Відпрацьовано технологію отримання твердосплавних сердечників, що пройшли балістичні випробування, які підтвердили, що розроблені сердечники можуть застосовуватись для виробництва бронебійних боєприпасів стрілецької зброї.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ПОСИЛАНЬ

1. Чернышов Л. И. Порошковая металлургия – трудности и перспективы современного этапа развития / Л.И. Чернышов, Д.А. Левина // Порошковая металлургия, 2013. – №11/12. – С. 144–151.
2. Витязь П.А. Состояние и перспективы развития порошковой металлургии в России, Украине и Беларуси / П. А. Витязь, А. Ф. Ильющенко, В. В. Савич // Сб. докладов 9-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка.– Минск, 2015. – С. 258 – 267.
3. Benson J.M The need for powder characterization in the additive manufacturing industry and the establishment of a national facility / Benson J.M., Snyders Et. E. // South African Journal of Industria Engineering. – 2015. – Vol. 26, No 2.– P. 104–114.
4. Effect of particle shape and size on the compressibility and bulk properties of powders in powder metallurgy / Hlosta J., Zurovec D., Jezerska L. [et al.] // 25th International Conference on Metallurgy and Materials METAL May 25–27 2016, Brno.
5. Жорняк А.Ф. Металлические порошки / А. Ф. Жорняк // М.: Металлургия, 1981. – 88 с.
6. Ясницкий Ю.Г. Влияние способов изготовления и технологических характеристик железных порошков на их прессуемость / Ю.Г. Ясницкий, А.Ф. Жорняк, И.Д. Радомысельский [и др.] // Порошковая металлургия, 1976.– №5.– С. 91–96.
7. Косторнов А. Г. Материаловедение дисперсных и пористых металлов и сплавов / А. Г. Косторнов // В 2–х томах, Т. 1. – Киев: «Наукова думка», 2002.– 572 с.

8. DavidE. Gay. High performance microencapsulated powders for varios P/M applications / DavidE. Gay. // The international journal of powder metallurgy, 1996. – Vol. 36,№1. – P. 13–25.
9. J.H. van Laar Spheroidisation of iron powder in a microwave plasma reactor / J.H. van Laar, I.J. van der Walt, H. Bissett, J.C. Barry, P.L. Crouse. // The Journal of Southern African Institute of Mining and Metallurgy. – 2016. –Vol. 116.– P. 941–946.
10. Акименко В.Б. Распыленные железные порошки нового поколения для деталей сложной формы / В.Б. Акименко, И.А. Гуляев, О.Ю. Калашникова [и др.] // Сталь. – 2008. – №8. – С. 111–115.
11. Пиоро Э.Ч. Свойства распыленного железного порошка с разветвленной формой частиц / Э.Ч.Пиоро, Н.Ч. Пиоро, А.Г. Жердин, В.П. Смирнов // Порошковая металлургия. – 1984. – №10. –С. 1–7.
12. Гогаев К.А. Формование порошковых систем / К.А. Гогаев, А.К. Радченко // Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, 2011. – 477 с.
13. Джонс В.Д. Основы порошковой металлургии. Прессование и спекание // – М.: Мир, 1965.–403с.
14. Dariel M.P. Acid-assisted consolidation of powder compacts: cold-welding or cold sintering / Ratzker M., Eichmiller F.C. // J. Mater. Sci. – 1999. – 34, № 11.– P. 2601–2607
15. Анциферов В.Н. Дискретная зависимость свойств порошковых сталей от пористости / В.Н. Анциферов, С.Н. Боброва, С.А. Оглезнева, Ю.И. Рагозин // Перспективные материалы. – 1999. – №4 – с. 51–57.
16. Дорофеев Ю.Г.Исследование процесса измельчения металлостеклянной системы на основе шихты высокомарганцовистой стали 110 Г 13 / Ю.Г. Дорофеев, М.В.Кирсанов, С.Н. Сергеев // Изв. вузов. Сев.– Кавк. регион. техн. н. – 2000. – №4. – с. 49–53.

17. Martirosyan V.H. The Role of Preliminary Mechanical Activation in the Process of Obtaining Powder-Like Ferrosilicium from Metallurgical Slags / V.H. Martirosyan, Sasuntsyan M.E. // Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology, 2016 – Vol. 6 – p. 11–17.
18. Takashi Shirai. Surface characterization of activated alumina powder through the mechano-chemical treatment for fabrication of non-fired ceramics / Apiluck Eiad-Ua, Tran Thi Thu Hien, Masayoshi Fuji // Journal of the Ceramic Society of Japan, 2012 – Vol. 120 (10) – P. 438–441.
19. Saprykin A.A. Influence of Mechanical Activation of Powder on SLS Process / A.A. Saprykin, E.A. Ibragimov, V.I. Yakovlev // Applied Mechanics and Materials, 2014 – Vol. 682, – P. 143–147.
20. Федорченко И. М. Основы порошковой металлургии / И. М. Федорченко, Р. А. Андриевский // Изд-во АН УССР, 1960. – 420 с.
21. Бальшин М.Ю. Основы порошковой металлургии / М.Ю.Бальшин, Кипарисов С.С // М.: «Металлургия», 1978. – 184 с.
22. Анциферов В. Н. Порошковая металлургия и напыленные покрытия: учеб. для вузов / В. Н. Анциферов, Г. В. Бобров, Л. К. Дружинин и др. // М.: Металлургия, 1978. – 792 с.
23. Suresh K.R. Influence of Powder Composition & Morphology on Green Density for Powder Metallurgy Processes / K.R. Suresh, S. Mahendran, M.S. Krupashankara, L. Avinash // International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology, 2015 – Vol. 4 (1) – p. 18629–18634.
24. Sunday K. J. Magnetic and microstructural of Fe_3O_4 – coated Fe powder soft magnetic composites / K. J. Sunday, G.F. Hanejko, L.M. Taheri // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2017. – Vol. 423. – P. 164–170.
25. Hwang J. Magnetic Properties of Iron Core Compacted Powders Coated with Magnetic Insulative Film / J. Hwang, T. Hattori, Y. Kaneko // Materials Transactions, 2016. – Vol. 57, No. 2 (2016) – P. 201–206.

26. Dhokey N.B. Role of ceramic coating on electrical and magnetic properties of iron powder / N.B. Dhokey, S. Patil, S. Dhandare, V.S. Bandal // *Electron. Mater. Lett.*, 2014. – Vol. 10. – P. 591–596.
27. Найдич Ю.В. Металлизация порошков распылением металла с помощью электронно–лучевого нагрева /Ю.В. Найдич, Г.А. Колесниченко, Б.Д. Костюк // *Порошковая металлургия*, 1973. – №9 – с. 91–93.
28. Heck F.W. The use of the carbonyl nickel gas process to nickel coat particulate materials / F.W. Heck, E.L. Rees, L.F. Koehler // *Int. Conf. Powder Met. PM 90.*, London, 2–6 July, 1990. – Vol. 2. – с. 40–46.
29. Сердюк Г. Г. Технология порошковой металлургии: уч. пособие в 3–х ч. / Г. Г. Сердюк, Л. И. Свистун // *Кубанский гос. технол. ун–т*, 2005. – Ч. 1. Порошки. – 240 с.
30. Rodrigues H. Optimizing compacting lubricant selection — a comparison study of various commercially available lubricants / H. Rodrigues, S. Madill, M. Folliard, T. Liu. // *Proc. 2008 World Congress on Powder Metallurgy & Particulate Materials* (8–12 June 2008, Washington). – Washington, 2008. – P. 71–79.
31. Jandeska W. Powder Metallurgy Lubrication Study: Lubricant Practice and Tool Coating Effects // *Center for Powder Metallurgy Technology* (August 5, 2011, Quebec). – Quebec, 2011. – P. 11–15.
32. Solimanjad N. Tribological Properties of Lubricants Used in PM Process / N. Solimanjad, M. Larsson // *Proc. Euro PM 2005* (4 October 2005, Prague). – Prague, 2005. – P. 123–133.
33. Каташинский В.П. Влияние смазки на коэффициент трения металлических порошков / В.П. Каташинский, Н.В. Рухайло // *Порошковая металлургия*, 1971. – №4 – С. 18–20.
34. Жорняк А.Ф. Закономерности прессования распыленных железных порошков III. Влияние стеарата цинка на уплотняемость и взаимное

сцепление частиц /А.Ф. Жорняк, В.Е. Олиker // Порошковая металлургия, 1981. – № 5.–С. 16–22.

35. Гейдаров В.А. Влияние стеарата цинка на свойства порошковых изделий / В.А. Гейдаров, А.Т. Мамедов // Порошковая металлургия, 1987. – №8.– С.41–47.

36. Федорченко И.М. Порошковая металлургия. Материалы, технология, свойства, области применения: Справочник / И.М. Федорченко, И.Н. Францевич, И.Д. Радомысельский // Киев: Наук. думка. 1985 – 624 с.

37. Sintered hi-density process with forming // Пат. 5881354 США. Заявл. 03.05.1996, Оpubл. 09.03.1999.

38. Мамедов А.Т. Свойства высокоплотных порошковых материалов на основе железа, спрессованных без стеарата цинка / А.Т. Мамедов, В.А. Мамедов // Порошковая металлургия, 2003.–№5–6.–с. 32–36

39. Брейтуэйт Е.Р. Твердые смазочные материалы и антифрикционные покрытия // М.: «Химия», 1967.–320 с.

40. Рослик И.Г. Выбор оптимального метода формования порошка стали ПР–Х17Н2 / И.Г. Рослик, А.Н. Ковзик // Металознавство та термічна обробка металів, 2018. – №3. – с. 54–57.

41. Мошинский Л. Эпоксидные смолы и отвердители // Тель–Авив: Аркадия пресс Лтд, 1995. – 370 с.

42. Staynes B.W. Epoxide resin concrete – practical application in superconductingturbogenerators / B.W. Staynes, J.S.H. Ross // Struct. Eng., 1980. – 58, №7. –p. 213–220.

43. Колесниченко Л.Ф. Композиционные эпоксидные материалы антифрикционного назначения / Л.Ф. Колесниченко,З.Т. Ильина // Порошковая металлургия, 1984. – №12. – с.27–32.

44. Авдеев Н.В Металлирование // М.: Машиностроение, 1978. – 184 с.

45. Al-Joubori A. A. Synthesis of austenitic stainless steel powder alloys by mechanical alloying / A. A. Al-Joubori, C. Suryanarayana, // Journal of Materials Science, 2017– vol. 52, no. 20. – pp. 11919–11932.
46. Витязь П.А. Влияние режимов механоактивации на структуру и свойства порошков–прекурсоров системы медь–олово и сплавов, спеченных на их основе / П.А Витязь, В.И. Жорник // Вестник Витебского государственного университета, 2014 – № 26. – с. 110–120.
47. Zheng R. Enhanced ductility in harmonic structure designed SUS 316L produced by high energy ball milling and hot isostatic sintering /R. Zheng, Z. Zhang, M. Nakatani et al // Materials Science and Engineering: A Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, 2016. – vol. 674, p. 212–220.
48. Смышляева Т.В. Влияние гранулометрического состава сталей, полученных литьем термопластичных шликеров / Т.В.Смышляева // Изв. вузов Черн. Metallurgy. – 2002, №3. – С. 53 – 56.
49. Водная композиция для формования нержавеющей стали // Пат. 6268412 США. Заявл.12.05.2000; Оpubл. 31.07.2001.
50. LiSong–lin Водорастворимое связующее для инъекционного формования металлов / QuXuaanhui, LiJi–min, HuangBai–jun // CailliaoKexuejugongji — Mater. SciandTechnol. –1999.–7, №4. – С 12– 15.
51. Авт. свид. СССР, № 1775225 "Способ изготовления изделий с малыми отверстиями и устройство для его осуществления", 30.07.1990, 15.07.1992 г
52. Маэно Н. Наука о льде / Н. Маэно // М.: Мир, 1988. –231 с.
53. Бельченко В.Г. Исследование возможности интенсификации восстановления некоторых руд и концентратов. Обогащение полезных ископаемых /В.Г.Бельченко, Н.А.Малецкий //Респ. межвед. научно-техн. сб. К.: Техника, 1971. – №9. – С. 84 – 88.
54. Wang J.S. Effect of amount of carbonyl iron powders on the

sintering, microstructure and mechanical properties of Fe - 4 % Cu alloy, synthesized using metal injection molding / Wang J.S., Hon M.H. // Mater. And Mater. Process, 1999. – 14, №3. – P. 435 – 446.

55. Мейлах А.Г. Химическая обработка порошка никеля для активации спекания железоникелевых материалов / А.Г.Мейлах, Р.Ф. Рябова // Физ. и химия обработки материалов, 1999. – №5. – С. 71–74.

56. Мейлах А.Г., Рябова Р.Ф. Получение новой конструкционной дисперсноупрочненной порошковой стали / А.Г.Мейлах, Р.Ф. Рябова // Междунар. научн.-техн. конф. «Урал. Metallurgy на рубеже тысячелетий», 1999. – С. 154 – 155.

57. Крушенко Г.Г. Нанопорошки химических соединений – средство повышения качества металлоизделий и конструкционной прочности / Г.Г. Крушенко // Завод. лаб.: Диагност. Матер., – 1999. – 65, №11. – С. 42–50.

58. Keller C. Influence of spark plasma sintering conditions on the sintering and functional properties of an ultra-fine grained 316L stainless steel obtained from ball-milled powder / C. Keller, K. Tabalaiev, G. Marnier[et al.] // Materials Science and Engineering: A Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, 2016. – Vol. 665. – P. 125–134.

59. Ворошнин Л.Г. Химико-термическая обработка металлокерамических материалов / Л.Г.Ворошнин, Л.С. Ляхович, Ф.Г. Ловшенко, Г.Ф. Протасевич // Мн.: Наука и техника, 1977. – 272 с.

60. Федорченко И.М. Важнейшие тенденции развития порошковой металлургии. 1. Развитие производства металлических порошков и технологии изготовления изделий (обзор) / И.М. Федорченко // Порошковая металлургия, 1989. – №6. – с. 1–11.

61. Малеванный А.И. Стабилизация содержания углерода в изделиях из железного порошка / А.И.Малеванный, А.П.Деревянных,

М.А. Малеванный // Проблемы материаловедения. Сборник научных трудов студентов и аспирантов. Юж.-Рос. гос. техн. ун-т. Новочеркасск. Изд-во ЮРГТУ, 2001. – С. 118–120.

62. Пономаренко Е.П. Металлизация сталей и сплавов в вакууме / Е.П. Пономаренко, А.И. Плышевский, В.К. Супрунчук, Ю.К. Белов. // К.: Техніка, 1974. – 296 с.

63. Скороход В.В. Химические, диффузионные и реологические процессы в технологии порошковых материалов / В.В. Скороход, Ю.М. Солонин, И.В. Уварова // К.: Наук. думка, 1990. – 248 с.

64. Способ получения металлических деталей. Заявка 1001 4403 Германия. Kochanek Wolfgang, Endrich Manfred. Заявл. 24.03.2000; Оpubл. 27.09.2001.

65. Киселев Н.М. Биотехнологические методы утилизации органических и неорганических отходов техногенного происхождения. Бактериально-химический метод - новое направление в области утилизации боеприпасов / Н.М. Киселев, М.Л. Мирский, Б.А. Горлицкий // Материалы I международного форума столичных предприятий и организаций Москвы, Киева, Минска, 2003. – С. 74-79.

66. Киселев Н.М. Биотехнологический метод утилизации многокомпонентных боеприпасов / Н.М. Киселев // Арсенал XXI века, 2000. – №1. – 74 с.

67. Либенсон Г.А. Производство спеченных изделий / Либенсон Г.А. // М.: Металлургия, 1990. – 240 с.

68. Либенсон Г.А. Процессы порошковой металлургии. В 2-х т. Т.2. Формование и спекание: Учебник для вузов / Либенсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. // М.: «МИСИС», 2002. – 320 с.

69. Радомысельский И.Д. Конструкционные порошковые материалы / Радомысельский И.Д., Сердюк Г.Г., Щербань Н.И. // К.: Техника, 1985. – 152 с.
70. Радомысельский И.Д. Производство и использование порошковых деталей в легкой промышленности / Радомысельский И.Д., Ясь Д.С., Павленко В.И. // К.: Техника, 1982. – 175 с.
71. Агранат Б.А. Ультразвук в порошковой металлургии / Агранат Б.А., Гудович А.П., Нежевенко Л.Б. // М.: Металлургия, 1986. – 168 с.
72. Савелов Д. В. Исследование способности металлического порошка распределять нагрузку при его взаимодействии с пуансоном вибрационного пресса / Д. В. Савелов, В. В. Драгобецкий // Обработка металлов давлением: сб. науч. тр. – Краматорск: ДГМА, 2013. – № 2 (35). – С. 168–172.
73. Савелов Д. В. Экспериментальные исследования волновых процессов при предварительном виброуплотнении дисперсной порошковой смеси анизотропной структуры в жесткой матрице / Савелов Д. В. // Вісник НТУ «ХП», 2017. – №37 (1259). – С. 77–81.
74. Шляпин С. Д. Спекание распыленных порошков быстрорежущей стали при сверхсолидусных температурах /Шляпин С. Д. // Очерки по физ.-химии и материал. МАТИ - Рос. гос. технол. ун-т. - М.: 1998. – с. 240 – 248.
75. Capus J.M. Are we closing in on full density PM? / Capus J.M., Hammond D. // Powder metallurgy, 2004. –V.47, №3. – P. 230-231.
76. Гулевский В.А. Разработка матричных сплавов на основе свинца / Гулевский В.А., Доменти Е.А. // Университет им. В.И. Вернадского. Специальный выпуск, 2012. – №48. – С. 15 – 19.
77. Hognas hand book for warm compaction. Hognas. 1998. –P. 112.
78. Bocchini G.F. Warmcompaction of metals powders: why it works, why it requires asophisticated engineering approach / Bocchini G.F. //

Powder Met, 1999. – Vol. 42, №2. – p. 171 – 180.

79. Sosino C.M. Warm powder compaction substitutes conventionally double pressed and double sintered synchroniser hubs / Sosino C.M., Ratzi R. // Powder metallurgy, 2004. – V.47, №4. – P. 352-357.

80. Simchi A. Warm compaction of metallic powder / Simchi A., Nojoomi A.A. // Advances in Powder Metallurgy. Properties, Processing and Applications Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, 2013. – P. 86-108.

81. Radu M. Research into the warm compaction of metal powders / Radu M. // Materials Research Proceedings 8, 2018. – P. 152-156.

82. Маслюк В.А. Теплопрессование порошков железа / Маслюк В.А., Сосновский Л.А., Миницкий А.В., Гайдученко А.К. // Третья международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях» Кацивели, Крым, 13-17 сентября, 2004. – 147 с.

83. Maslyuk V.A. Certain features of warm isothermal compression of iron powder / Maslyuk V.A., Sosnovsky L.A., Minitsky A.V. [et al.] // Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 2006. – Volume 45, № 11-12. – p. 605–609.

84. Горохов В.М. Изучение основных закономерностей уплотнения и физико-механических свойств порошковых низколегированных сталей, полученных с применением теплой изотермической допрессовки неспеченных заготовок / Горохов В.М., Севастьянов Е.С., Устинова Г.П., Звонарев Е.В. // Сб. мат. докл. межд. научн.-техн. конференции, 22-23 сентября, 2005. – С. 60–69.

85. Sah S.K. Liquid phase compacting / Sah S.K., Kaufman S.M. // Mod. Dev. Powder Met. – N.J. Princeton, 1981. – Vol. 12. – P. 613–629.

86. Ермаков С.С. Порошковые стали и изделия / Ермаков С.С., Вязников Н.Ф. // 4-е изд., перераб. и доп. – Л.: Машиностроение. Ленингр. отд-ние, 1990. – 319 с.

87. Лещинский В.М. Процессы доштамповки пористых заготовок / Лещинский

В.М., Ханна Вейнерт, Стоянов А.А. // Международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследование, применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий», 2000. – 51 с.

88. Баглюк Г.А. Сравнительный анализ деформированного состояния пористых заготовок при штамповке в закрытом и открытом штампах / Баглюк Г.А., Хоменко А.И. // Обработка материалов давлением, 2012. – №2(31). – С.147–153.

89. Дорофеев Ю. Г. Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий / Ю. Г. Дорофеев, Б. Г. Гасанов, В. Ю. Дорофеев. – М.: Металлургия, 1990. – 206 с.

90. Мошков А.Д. Влияние холодной деформации сжатием на свойства пористого железного подшипникового материала / Мошков А.Д. // Порошковая металлургия, сб. 2, НИИТМ, М., 1955. – С. 23–36.

91. Аксенов Г. И. Основы порошковой металлургии / Аксенов Г. И. // Куйбышев: Куйбышевское книжное издательство, 1962. – 190 с.

92. S. St-Laurent. Study of compaction and ejection properties of powder mixes processed by warm compaction / S. St-Laurent, F. Chagnon, Y. Thomas. // PM2TEC International Conference May 30 – June 3, New York, USA, 2000 – P. 1–12.

93. Злобин Г.П. Прогрессивный метод безрасслоного прессования порошков / Злобин Г.П., Бешенков Г.И. // Порошковая металлургия, 1981. – № 5. – С. 35-36.

94. Либенсон Г.А. Процессы порошковой металлургии. В 2-х т. Т.2. Формование и спекание: Учебник для вузов / Либенсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. – М.: «МИСИС», 2002. – 320 с.

95. Перельман В.Е. Формование порошковых материалов / Перельман В.Е. // М.: Металлургия, 1979. – 232 с.

96. Ivanishenko J. Nanocrystalline Fe – 1 wt. % C compacts obtained by high

pressure torsion of mechanically alloyed powder / Ivanishenko J., Krasilnikov N., Banhart F.[et al.] // 2002. – Vol.27, №36. –Р. 45–53.

97. Бутыленко А.К., Соколовский В.Н. Исследование уплотнения металлических порошков при нагреве под высоким давлением до 80 кБар // Порошковая металлургия, 1978. – №11. –с. 28 –33.

98. Самсонов Г.В. Горячее прессования / Самсонов Г.В., Ковальченко М.С. // К.: Гос. изд-во техн. лит. УССР, 1962. – 210 с.

99. Joo Sang H. Method of bonding a particle material to near theoretical density. Пат. 6183690США МПК⁷ B22F3/12. Materials Modification Inc., Joo Sang H., Sethuram Krupashankara M., Sudarshan Tirumalais. N09/41 2519, Заявл. 05.10.1999. Оpubл. 06.02.2001. НПК419/52

100. Мажарова Г.Е. Формование распыленных порошков быстрорежущих сталей в условиях сдвиговых деформаций / Мажарова Г.Е., Баглюк Г.А., Быков А.И., Позняк Л.А. // Порошковая металлургия, 1986. – №10.– С. 18 - 22.

101. Ениколопов Н.С. Закономерность твердофазной полимеризации органических веществ (мономеров) в условиях деформации сдвига и высокого давления / Ениколопов Н.С., Жаров А.А., Капустян В.М. // Откр. СССР, №288, 1984.

102. Волкогон В.М. Физико-химические основы создания и управления формированием свойств инструментальных поликристаллических сверхтвердых материалов из вюрцитного нитрида бора / Волкогон В.М. // Автореф. Доктор. Дисс. К.: 2004. – 41 с.

103. Новиков Н.В. Экспериментальное исследование влияния сдвиговой деформации на фазовое превращение в различных материалах / Н.В. Новиков, Л.И. Шведов, В.И. Левитас [и др.] // Сб. науч. тр. Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. – К.: Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАНУ Украины, 2000. – С. 131–

144.

104. J.V. Gridneva Phase transaction in diamond – structure crystals during hardness measurements / J.V. Gridneva, Yu.V. Milman, V.J. Trefilov. // *Phy. stat. sol (a)*. – 14, 177. – 1972. – P. 177-182.

105. R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*, 2014 by John Wiley & Sons, Inc., 456 pages

106. Terence G. L. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement / Terence G. L. // *Acta Materialia* 61, 2013. – P. 7035–7059.

107. Terence G. L. The Current Status of Bulk Nanostructured Materials / Terence G. L. // *Rev. Adv. Mater. Sci.* 31, 2012. – P. 1–4.

108. R.Z. Valiev The Innovation Potential of Bulk Nanostructured Materials / R.Z. Valiev, M.J. Zehetbauer, Y. Estrin [et al.] // *Advanced Engineering Materials*, 2007. – Volume 9, Issue 7. – P. 527–533.

109. Рааб Г.И. Перспективные методы ИПД для получения наноструктурированных металлических материалов / Рааб Г.И., Шibaков В.Г., Рааб А.Г. // *Materials Physics and Mechanics* 25, 2016. – С. 77–82.

110. Тейтель Е.И. Структурные и фазовые превращения в твердых телах, индуцируемые интенсивной пластической деформацией и другими внешними воздействиями. Явление квазинагрева (критический аналитический обзор) / Тейтель Е.И. // *Физика и техника высоких давлений*, 2014. – т. 24, №3–4. – С. 5–25.

111. Павленко Д.В. Влияние исходного состояния титановых полуфабрикатов, подверженных интенсивной пластической деформации, на структуру и свойства / Д.В. Павленко, А.В. Овчинников // *Фізико-хімічна механіка матеріалів*. – 2015. – №1. – С. 15–24

112. Бриджмен П.В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва / Бриджмен П.В. // М.: Изд-во иностр. лит., 1955. – 455 с.

113. Сегал В. М. Процессы пластического структурообразования металлов / В. М. Сегал, В. И. Резников, В. И. Копылов [и др.] // Минск: Наука и техника, 1994. — 232 с.
114. Segal V. M. Materials processing by simple shear / Segal V. M. // Mater. Sci. Eng. A, 2002. – P. 157—164.
115. Валиев Р.З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства / Валиев Р.З., Александров И.В. // М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398 с.
116. Валиев Р.З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Валиев Р.З., Александров И.В. // М.: Логос, 2000. – 272 с.
117. Valiev, R.Z. Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later / Valiev, R.Z., Estrin, Y., Horita, Z. [et al.] // JOM 68, 2016. – P. 1216–1226.
118. Боткин А.В. Прогнозирование разрушения металла в процессе интенсивной пластической деформации длинномерной заготовки равноканальным угловым прессованием конформ / Боткин А.В., Валиев Р.З., Рааб Г.И., Кубликова А.А., Дубинина С.В. // Вестник УГАТУ. Машиностроение, 2012. – т. 16, №8 (53). – С. 98 – 103.
119. M.V. Markushev In: Aluminium Alloys. Their Physical and Mechanical Properties, eds. / M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin. // DGM, Vol.2, 2008. – P. 1518.
120. Маркушев М.В. К вопросу об эффективности некоторых методов интенсивной пластической деформации, предназначенных для получения объемных наноструктурных материалов / Маркушев М.В. // Письма о материалах, 2011. – т. 36. – С. 36–42.
121. Бейгельзимер Я. Е. Винтовая экструзия — процесс накопления деформаций / Я. Е. Бейгельзимер, В. Н. Варюхин, Д. В. Орлов, С. Г. Сынков

// Донецк: ТЕАН, 2003. – 87 с.

122. Бейгельзимер Я. Е. Простой сдвиг металлов: что это такое? / Бейгельзимер Я. Е. // Физика и техника высоких давлений, 2010. – т. 20, №4.– С. 40 – 52

123. Павленко Д.В. Вихри в некомпактных заготовках при деформации винтовой экструзией / Павленко Д.В., Бейгельзимер Я.Е. // Порошковая металлургия, 2015. – №9/10. – С. 12 – 22

124. Иванов А.М. Механизм разрушения низколегированной стали, подвергнутой комбинированной интенсивной пластической деформации и отжигу / Иванов А.М. // Вестник Тамбовского университета. Серия Естественные и технические науки, 2016. – Т.21, №3. – С. 1016–1019.

125. Крालюк М.А. Фізичні процеси, що впливають на формування мікроструктури та властивості міді під час інтенсивної холодної пластичної деформації / Крालюк М.А., Пашинська О.Г., Власенко М.М., Тищенко І.І. // Физика и техника высоких давлений, 2012. – т. 22, №1. – С. 99 – 106.

126. Ситдигов О.Ш. Влияние всестороннейковки на формирование мелкозернистой микроструктуры в высокопрочном алюминиевом сплаве / Ситдигов О.Ш. // Письма о материалах, т. 3, 2013. –С. 215–220.

127. Сергеев С.Н. Влияние всесторонней изотермическойковки на структуру и свойства низкоуглеродистой стали 12ГБА / Сергеев С.Н., Сафаров И.М., Корзников А.В., Галеев Р.М. [и др.] // Письма о материалах, т.2, 2012.– С. 117–120.

128. Мулюков Р.Р. Принципы получения ультрамелкозернистых материалов / Мулюков Р.Р., Имаев Р.М., Назаров А.А. // Научно-технические ведомости СПбГПУ. Физико-математические науки, 2013. – № 4-1(182).– С. 193–203.

129. Салищев, Г. А. Формирование субмикроструктурной структуры в титане при пластической деформации, и ее влияние на механические

свойства / Г.А. Салищев, О.Р. Валиахметов, Р.М. Галлеев, С.П. Малышева // Металлы, 1996. – Vol.4. – С.86-91.

130. Salishchev, G.A. Formation of submicrocrystalline structure in the titanium alloy VT8 and its influence on mechanical properties / G.A. Salishchev, O.R. Valiakhmetov, R.M. Galeev // Journal of Materials Science. – 1993. – V.28. – P.2898-2902.

131. Добаткин С.В. Сравнительный анализ структуры и свойств бескислородной меди после различных способов интенсивной пластической деформации / Добаткин С.В., Салищев Г.А., Кузнецов А.А. [и др.] // Физика и техника высоких давлений, 2006. – Т.16, №4 –С.23-35.

132. Salischev, G.A. Structure and density of submicrocrystalline titanium produced by severe plastic deformation / G.A. Salischev, R.M. Galeev, S.P. Malysheva, M.M. Myshlyaev // Nanostruct. Mater, 1999. – Vol.11. – P. 407- 414.

133. Салищев Г.А. Структурные изменения и механическое поведение при низкотемпературной сверхпластичности наноструктурного сплава ВТ6 / Салищев Г.А., Кудрявцев Е.А., Жеребцов С.В. // Научные ведомости. Серия: Математика. Физика, 2012. – №17 (136). Вып. 28. – С. 236–239.

134. Кудрявцев Е.А. Исследование особенностей низкотемпературной сверхпластичной формовки наноструктурного двухфазного титанового сплава ВТ6 / Кудрявцев Е.А., Жеребцов С.В., Салищев Г.А. // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского, 2013. – №2 (2). – С. 120 –124

135. Ковка и штамповка: Справочник. В 4-х т. / Ред. совет: Е.И. Семенов (пред.) и др.. – М.: Машиностроение, 1985 – Т. 1. Материалы и нагрев. Оборудование. Ковка / Под ред.. Е.И. Семенова. 1985. – 568 с.

136. Юсипов З.И. Ручная ковка: учеб. для ПТУ / Юсипов З.И., Ляпунов Н.И. // 2-е изд., перераб и доп. – М.: Высш. шк., 1990. – 304 с.

137. Агте К. Вольфрам и молибден / Агте К., Вацек И. //М.-Л.: Энергия, 1964. –456 с.
138. Производство изделий из тугоплавких металлов. М.: Мир, 1968. – 434 с.
139. Коликов А.П. Технология и оборудование для обработки тугоплавких порошковых и композиционных материалов / Коликов А.П., Крупин А.В., Полухин П.И.[и др.] //М.: Металлургия, 1989. — 384 с.
140. Гессингер Г.Х.Порошковая металлургия жаропрочных сплавов / Гессингер Г.Х. // Пер. с англ. – Челябинск: Металлургия, Челябинское отделение, 1988. –320 с.
141. Дорофеев Ю.Г. Динамическое горячее уплотнение пористых порошковых заготовок / Дорофеев Ю.Г. // М.: Металлургия, 1977. – 216с.
142. Ковальченко М.С. Теоретические основы горячей обработки пористых материалов давлением / М. С. Ковальченко // К.: Наук. думка, 1980. – 238 с.
143. FischmeisterH.F. Deformation and Densification of Porous Preformsin Hot Forgin / FischmeisterH.F., ArenB., EasterlingK.E. //PowderMetallurgy, 1971. – 14 №27. – P. 144-163.
144. Кулу П.А. Влияниековки и химико-термической обработки на свойства спеченных железа и стали/ Кулу П.А. // Порошковая металлургия, 1978.– №12. – С. 23–26
145. Kellett B. J. Hot Forging Characteristics of Fine-Grained ZrO_2 and Al_2O_3/ZrO_2 Ceramics / B. J. Kellett, F. F. Lange // Journal of the American Ceramic Society, 1988. – Vol.71, №1. – P. 7–12.
146. Дорофеев Ю. Г. Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий/ Дорофеев Ю. Г., Гасанов Б. Г., Дорофеев В. Ю. [и др.] // М.: Металлургия, 1990. – 206 с.

147. Баглюк Г.А. Сравнительный анализ деформированного состояния пористых заготовок при штамповке в закрытом и открытом штампах / Баглюк Г.А., Хоменко А.И. // Обработка материалов давлением, 2012. – №2(31). – С.147–153.
148. Liming T.Effects of Temperature and Prassure of Hot Isostatic Pressing on the Grain Structure of Powder Metallurgy Superalloy / Liming Tan, Guoai He, Feng Liu, Yunping Li and Liang Jiang// Materials,2018. – 11. – P. 328
149. Лисенко Н.А. Структура и свойства пустотелых отливок лопаток турбины из никелевых сплавов после горячего изостатического прессования / Лисенко Н.А., Ключихин В.В., Наумик В.В. // Авиационно-космическая техника и технология, 2015. – №10(127). – С. 19–27.
150. Ken-ichiro M. Hot semi-punching of quenchable steel sheet / Ken-ichiro Mori, Tomoyoshi Maeno, Takuya Suganami, Masato Sakagami//Procedia Engineering,81 (2014). – P. 1762–1767.
151. Henriques B.Effect of Hot Pressing Variables on the Microstructure, Relative Density and Hardness of Sterling Silver (Ag-Cu alloy) Powder Compacts / Henriques B., Soares D., Teixeira J.C. and Silva F.S. // Materials Research, 2014. – 17(3). – P. 664–671.
152. Yu-feng L.Effect of Hot Pressing on Microstructure and Mechanical Properties of Bulk Nanocrystalline Fe₃Al Materials Containing Manganese Element / Yu-feng Li, Pei-qing La, Yu-peng Wei, Yang Lu, Yang Yang.// Journal of Iron and Steel Research, International, 2011. – Vol. 18, Issue 3. – P. 65–71.
153. Самсонов Г. В. Горячее прессование / Самсонов Г. В., Ковальченко М. С. // К.: Гостехиздат УССР,1962. – 212 с.

154. Райченко А.И. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока [Текст] / А.И. Райченко // М.: Металлургия, 1987. – 128 с.
155. Рагуля А.В. Консолидированные наноструктурные материалы [Текст] / А.В. Рагуля, В.В. Скороход // К.: Наукова думка, 2007. – 374 с.
156. Нескоромный С.В. Разрядно-импульсное прессование композиционных материалов / Нескоромный С.В., Лемешев С.В., Агеев С.О., Стрижаков Е.Л. // Вестник Донского государственного технического университета, 2015. – №4 (83). – С. 76–81.
157. Zalite I. Hot Pressing and SparkPlasma Sintering of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ Nanocomposites / Zalite I., Zhilinska N., Grabis J. and Sajgalik P. // Nano 05, Brno, Nov. 8-10, 2005.
158. Deng X.Y. Preparation of nanocrystalline BaTiO_3 ceramics / X.Y. Deng, D.J. Li, J.B. Li [et al.] // Science in China. Ser. E: Technological Sciences, 2009. – Vol. 52, No 6. – P. 1730–1734.
159. Дорофеев Ю. Г. Динамическое горячее прессование в металлокерамике / Дорофеев Ю. Г. // М.: «Металлургия», 1972. – 176 с.
160. Guneet S. An overview of dynamic compaction in powder metallurgy / Guneet Sethi, N. S. Myers. // International Materials Reviews, 2008. – 53(4). – P. 219–234.
161. Миронов В.А. Магнитно-импульсное прессование порошков / Миронов В.А. // Рига: Зинатие, 1980. – 196 с.
162. Боков А.А. Одноосное компактирование нанопорошков на магнитно-импульсном прессе / Боков А.А., Болтачев Г.Ш., Волков Н.Б. [и др.] // Журнал технической физики, 2013. – т. 83, вып. 10. – С. 68 – 77.
163. Витязь П.А. Импульсное прессование металлических порошков / Витязь П.А., Жданович Г.М., Роман О.В. // Материалы к I республиканской конференции по порошковой металлургии.

- Прогрессивные способы изготовления металлокерамических изделий.
Минск: «Полымя», 1971.– С. 88 – 95.
164. Роман О.В. Структура аморфного порошкового материала, уплотненного методом взрывного прессования / О.В. Роман [и др.] // ФиХОМ, 1983. – №4. – С. 43–48.
165. Роман О.В. Структура и свойства аморфного порошкового материала после взрывного нагружения / О.В.Роман, А.П.Богданов, Ю.Н.Волошин [и др.] // Металловедение и термическая обработка металлов, 1983. – № 10.– С.57–63.
166. Богданов А.П. Высокоскоростное прессование порошковых материалов при повышенных температурах / Богданов А.П., Воропаев И.Г., Горобцов В.Г [и др.] // Материалы к I республиканской конференции по порошковой металлургии. Прогрессивные способы изготовления металлокерамических изделий. Минск: «Полымя», 1971. – С. 122 – 129.
167. Барбарович Ю.К. Использование энергии сильного импульсного магнитного поля для прессования порошков / Барбарович Ю.К. // 1969.– №10. – С. 24–31.
168. Воропаев В.С. Исследование влияния параметров процесса асимметричной прокатки на формирование структуры и свойств порошкового проката / Воропаев В.С., Гогаев К.О., Подрезов Ю.Н.и Назаренко В.А. // Физика и техника высоких давлений, 2014. – т. 24, №1.–С. 110 – 119.
169. Виноградов Г.А. Прокатка металлических порошков / Виноградов Г.А., Семенов Ю.Н., Катрус О.А.и Каташинский В.П. // Изд-во «Металлургия», 1969. – 382 с.
170. Кудайбергенова С.К. Исследование влияния интенсивной пластической деформации на структуру и механические свойства титана

- ВТ1-0 / Кудайбергенова С.К., Нуржанова Г.Б., Мурзахметова У.А. и Шокобаева Г.Т. // Сборник трудов м/народной конф. «Нанотехнологии в материаловедении – новый вектор индустриализации Казахстана», 2014.– С. 193–200.
171. Гогаев К. А. Уплотняемость металлических порошков при асимметричной прокатке. Асимметричная прокатка металлических порошков I. / Гогаев К. А., Калущий Г.А., Воропаев В.С. // Порошковая металлургия, 2009. – № 3/4. – С. 36–42.
172. Гогаев К.А. Совершенствование процесса прокатки металлических порошков за счет использования скоростной асимметрии рабочих валков / Гогаев К.А., Калущий Г.Я., Воропаев В.С., Колпаков А.С. // Обработка материалов давлением, 2012. – №4 (33). – С. 196 – 201.
173. Баглюк Г.А. Горячая штамповка порошковых быстрорежущих сталей/ Баглюк Г.А.// Порошковая металлургия, 2005. – №9/10. – С. 16–20.
174. Дорошкевич Е.А. О нахождении оптимальной формы пористой заготовки при горячей штамповке / Дорошкевич Е.А., Горохов В.М., Рябов И.Н. и Звонарев Е.В. // Порошковая металлургия, 1988. –№4. – С.11–15.
175. Баглюк Г.А. Влияние деформационных параметров на структуру и свойства горячештампованных порошковых материалов / Баглюк Г.А. // Обработка материалов давлением, 2011. – №1(26).– С.139–145.
176. Баглюк Г.А. Технологические проблемы процессов горячей штамповки пористых заготовок / Баглюк Г.А. // Вестник НТУУ «КПИ». Серия Машинобудування, 2009. – №56. – С. 96–100.
177. Баглюк Г.А. Уплотнение пористого материала при горячей штамповке в закрытом штампе с компенсатором/ Баглюк Г.А.// Порошковая металлургия, 1998. – № 5/6. – С. 14–18.

178. Комков Н.А. Физико-механическая модель пластической деформации металла при осадке заготовок. / Комков Н.А., Никулин А.Н., Романенко В.П. и Фомин А.В. // Проблемы черной металлургии, 2013. – №2. – С. 5-17.
179. Артамонов А.Я. Влияние условий обработки на физико-механическое состояние металлокерамических материалов / Артамонов А.Я. // К.: Наук. Думка, 1965. – 263 с.
180. Кун Х. А. Основные принципы штамповки порошковых заготовок / Х. А. Кун // Порошковая металлургия материалов специального назначения. – М.: Металлургия, 1977. – С. 143–158.
181. Рябичева Л.А. Исследование свободной осадки порошковых медно-титановых материалов / Л. А. Рябичева, О.П. Гапонова // Наукові праці ДонНТУ. Металургія, 2008.– Вип. 10 (141).– С. 236–240.
182. Лукашкин Н.Д. Выбор технологических параметров при осадке спеченных заготовок из металлических порошков / Лукашкин Н.Д., Кохан Л.С., Роберов И.Г., Кондрашов А.А. // Технология металлов. — М. Наука и технологии, 2005. – №7. – С. 22-25.
183. Лукашкин Н. Д. Теория обработки давлением скомпактированных спеченных металлических порошков / Лукашкин Н. Д., Кохан Л. С., Роберов И. Г. // М.: МГВМИ, 2005. – 311 с.
184. Гурских А.В. Поведение спеченной алюминиевой бронзы / Гурских А.В. // Вестник ПНИПУ. – Машиностроение, материаловедение, 2018. – т. 20, №1. – С. 18–26.
185. Shao-Yi Hsia. Wear Improvement of Tools in the Cold Forging Process for Long Hex Flange Nuts / Shao-Yi Hsia, Po-Yueh Shih. // Materials, 2015. – P. 6640–6657.

186. Дорофеев Ю.Г. Распределение плотности в порошковых заготовках при свободной осадке / Дорофеев Ю.Г. // Порошковая металлургия, 1975. – №5. – С. 7 – 11.
187. Радомысельский И.Д. Получение и свойства стали X13 высокой плотности /Радомысельский И.Д., Довыденков В.А., Нельзина И.В. // Порошковые конструкционные материалы. – К.: Ин-т проблем материаловедения АН УССР, 1980. – С. 27 – 29.
188. Агеев С.В. Горячее изостатическое прессование в порошковой металлургии / Агеев С.В., Гиршов В.Л. // Новые материалы и технологии производства, 2015. – №4 (88). – С. 56 – 60.
189. Appa G.R. Hot Isostatic Pressing Technology for Defence and Space Applications/ Appa Rao, M. Sankaranarayana, S. Balasubramaniam // Defence science journal, 2012. – №62 (1). – P. 73–80.
190. Саенко С.Ю. Капсулирование горячим изостатическим прессованием поврежденных ТВЕЛов: технологический подход и маркетинговые эксперименты/ Саенко С.Ю., Ажажа Ж.С., Холомеев Г.А [и др.] // Ядерна та радіаційна безпека, 2009. – №3, С. 36–39.
191. Bocanegra-Bernal M.H. Hot Isostatic Pressing (HIP) technology and its applications to metals and ceramics / Bocanegra-Bernal M.H. // Journal of Materials Science, 2004. – №39. – P. 6399 – 6420.
192. Левина Д.А. Осторожный оптимизм – медленное восстановление отрасли порошковой металлургии / Левина Д.А., Чернышев Л.И. // Порошковая металлургия, 2015. – №9/10. – С. 157 – 160.
193. N.H. Mohamad Nor. Characterization and Rheological Studies on Ready-Made Feedstock of Stainless Steel 316L in Metal Injection Molding (MIM) Process / N.H. Mohamad Nor, Muhammad Hussain Ismail, Nur Atikah Abu Kasim, N. Muhamad, M.A. Taib // Applied Mechanics and Materials, 2013. – Vol. 465-466. – P. 709 – 714.

194. Li Yimin. Rheological Properties Of Metal Invection Molding Binder And Feedstock / Li Yimin , Qu Xuanhui , Huang Baiyun , Qiu Guanghan // Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 1997. – vol. 7, №3. – P. 103 – 107.
195. HeaneyD. F. Molding of components in metal injection molding (MIM) / D. F. Heaney, C.D. Greene// Handbook of Metal Injection Molding (Second Edition). – Woodhead Publishing Series in Metal and Surface Engineering, 2019. – P. 105 – 127.
196. William E. Frazier. Metal Additive Manufacturing: A Review / William E. Frazier // Journal of Materials Engineering and Performance, 2014. – Vol. 23.– P. 1917 –1928.
197. Lawrence E. Fabrication of Metal and Alloy Components by Additive Manufacturing: Examples of 3D Materials Science / Lawrence E. Murr, Edwin Martinez, Krista N. Amato [et al.]// Journal of Materials and Technology, 2012.– Vol. 1, №1. – P. 42 – 54.
198. Плєскач В.М. Сучасні технології у порошковій металургії. Досягнення і перспективи / Плєскач В.М. // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні, 2017. – №2. –С. 118 – 121.
199. Dong-Gyu Ahn. Direct metal additive manufacturing processes and their sustainable applications for green technology: A review / Dong-Gyu Ahn// International Journal of Precision Engineering and Manufacturing Green Technology, 2016. – Vol. 3. – P. 381 – 395.
200. Ільющєнко А.Ф. Історія і сучасне станіє аддитивних технологій в Бєларусі, порошки металлов і сплавов для них / Ільющєнко А.Ф., Савич В.В. // Космічна наука і технологія, 2017. – т. 23, №4. – С. 33 – 45.
201. Жуков В.В Аддитивное производство металлических изделий (Обзор)/ Жуков В.В., Григоренко Г.М., Шаповалов В.А. // Автоматическая сварка, 2016. – №5-6 (753). – С. 148 – 153.

202. Чемодуров А.Н. Применение аддитивных технологий в производстве изделий машиностроения / Чемодуров А.Н. // Известия ТулГУ. Технические науки, 2016. – Вып. 8, ч. 2. – С. 210–217.
203. Глотка О. А. Аналіз вітчизняних жароміцних порошків на нікелевій основі, які застосовуються в адитивних технологіях / О. А. Глотка, О. В. Овчинников // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні.– 2016. – № 2. – С. 39–42.
204. Педаш А.А. Влияние технологий изготовления металлических порошков на структуру и свойства деталей, полученных селективным лазерным плавлением / Педаш А.А., Ключихин В.В., Лысенко Н.А.и Шилю В.Г., Касай П.А. // Вестник двигателестроения, 2019. – №2. – С. 31–39.
205. Wilkes T.E. Composites by aluminum infiltration of porous silicon carbide derived from wood precursors/ T.E. Wilkes, M.L.Young, R.E.Sepulveda [et al.] // Scripta Materialia 55,2006. – P.1083–1086.
206. Ali Kalkanli. Melt infiltration casting of alumina silicon carbide and boron carbide reinforced aluminum matrix composites / Ali Kalkanli, Tayfun Durmaz, Aysel Kalemci and Gursel Arslan // Journal of Material Science and Engineering 2017, 6:4. DOI: 10.4172/2169-0022.1000357
207. Boczkowska A. Porous ceramic – metal composites obtained by infiltration methods / A. Boczkowska, P. Chabera, A.J. Dolata [et al.] // Metalurgia 52, 2013.– 3, P. 345–348.
208. Lipowska B. Preliminary test of cellular SiC/Iron alloy composite produced by a pressureless infiltration technique / B. Lipowska, B. Psiuk, M. Cholewa and L. Kozakiewicz // Archives of Foundry Engineering, 2017. – Vol. 17. – Issue 1/2017. –P. 115–120.

209. Choi Y.B. Development of intermetallic compounds reinforced Al alloy composites using reaction of porous nickel and aluminum / Y.B. Choi, K. Matsugi, G. Sasaki // *Materials Transactions*, 2013. – Vol. 54. – No.4 (2013). – P. 595–598.
210. Dobranski L.A. Selective laser sintering and melting of pristine titanium and titanium Ti6Al4V alloy powders and selection of chemical environment for etching of such materials / Dobranski L.A., Dobranska-Danikiewicz AD, Gawel TG and Achtelec-Franczak A. // *Archives of Metallurgy and Materials*. 2015. – P. 2039–2045.
211. Laszek D. Composite Materials Infiltrated by Aluminum Alloys Based on Porous Skeleton from Alumina, Mullite and Titanium Produced by Powder Metallurgy Techniques / Laszek Dobranski, Grzegorz Matula, Anna D. [et al.] // *Powder Metallurgy – Fundamentals and Case Studies*, 2017. – P. 95–137. – DOI: 10.5772/65377.
212. Довыденков В.А. Особенности инфильтрации латунию пористых железных заготовок с гетерогенной структурой / Довыденков В.А., Соловьева С.В., Зверева О.С. и Кузина Н.А. // *Вестник технологического университета*, 2016. – Т19, 13. – С. 67–70.
213. Карпинос Д.М. Композиционные материалы / Карпинос Д.М. // *Справочник*. К.: Наук. думка, 1985. – 594 с.
214. Esa V. Controlling infiltration when brazing P/M parts and during manufacture of aluminium metal matrix composites / Esa Vuorinen // *Department of Applied Physics and Mechanical Engineering. Division of Engineering Materials Lulea University of Technology SE-97187 Lulea, Sweden*, 2004. – P. 23–31.
215. Kieffer K. *Powder Metallurgy International* / Kieffer K., Jangg G., Crosz F. // 1971. – Vol. 3. – №4. – P. 179–183.

216. Тучинский Л.И. Композиционные материалы, получаемые методом пропитки / Тучинский Л.И. // М.: Металлургия, 1986. –208 с.
217. AlexanderE. Pawlowski, ZacharyC. Cordero, MatthewR. French, Thomas R. Muth et al. Damage-tolerant metallic composites via melt infiltration of additively manufactured preforms / AlexanderE. Pawlowski, ZacharyC. Cordero, MatthewR. French, [et al.] // Materials & Design 127 (2017). – P.346–351.
218. Girija M. Aluminum metal matrix composites: A retrospective investigation / GirijaMoona, R S Walia, VikasRastogi and Rina Sharma // Indian Journal of Pure & Applied Physics, 2018. – Vol. 56. –P. 164–175.
219. BodunrinM.O. Aluminum matrix hybrid composites: a review of reinforcement philosophies; mechanical, corrosion and tribological characteristics / M.O. Bodunrin, K.K. Alaneme, L. H. Chown. // Journal of Materials and Technology, 2015. – 4(4). – P. 434–445.
220. Shimada Y. Development of high performance sintered soft magnetic material / Y. Shimada [et al.] // Powder Metall., 2006. – Vol 53, №8.– P. 686–695.
221. Маслюк В.А. Влияние плакирования железного порошка на антикоррозионные свойства порошковых магнитно-мягких материалов / Маслюк В.А., Панасюк О.А., Миницкий А.В. [и др.] // Сб.докладов “Порошковая металлургия в автотракторном машиностроении. Сварка и резка материалов. Материалы, технологии и оборудование для нанесения функциональных защитных покрытий”. 26–30 марта 2007 г., Минск, Беларусь. – С. 90–91.
222. Мініцький А.В. Вплив типу порошку та кількості зв’язувального на магнітні властивості матеріалу на основі залізу / Мініцький А.В.// Вісник СумДУ. Серія «Технічні науки», 2010. – №4. – С. 150–153.

223. Маслюк В.А. Порошковые слоистые магнитно-мягкие материалы с анизотропными свойствами / Маслюк В.А., Панасюк О.А., Власова О.В. [и др.] // Инженерия поверхности. Новые порошковые композиционные материалы. Сварка. В 2 ч. Ч. 2 матер. междунар. симп., пров. в рамках 12-й межд. выставки «Порошковая металлургия-2009», Минск, 2009.– С. 111–118.
224. Мініцький А.В. Основні тенденції розвитку порошкових магнітно-м'яких матеріалів / Мініцький А.В., Власова О.В., Мініцька Н.В. // Процеси механічної обробки в машинобудуванні. Збірник наукових праць, 2010.– № 9.–С.3–18.
225. Мініцький А.В. Розробка композиційних порошкових матеріалів електротехнічного призначення/ Мініцький А.В. // Фізика і хімія твердого тіла, 2014. –Т.15. –№4. – С.818–821.
226. Мініцький А.В. Отримання композиційних залізних порошків із покриттям нікель-фосфору для виготовлення магнітних матеріалів/ Мініцький А.В., Власова О.В., Панасюк О.А. та Мініцька Н.В. // Вісник Кременчуцького національного університету ім.. М. Остроградського. 2011, – Випуск 2(67).– Ч.1. – С.79-82.
227. Власова О.В. Порошковые композиционные магнитомягкие материалы для электротехнической промышленности/ Власова О.В., Панасюк О.А., Апининская Л.М [и др.] // Электрические контакты и электроды: Труды Института пробл. Материаловедения И.Н. Францевича НАН Украины. Серия «Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия» К.: Редкол. Минакова Р.В. (отв.ред) и др, 2012.– С.101–107.
228. Мініцький А.В., Власова О.В., Солонуха Ю.С. Спосіб отримання порошкового магнітно-м'якого матеріалу на основі композиційного залізного порошку. Патент України №80083 МПК(2013.01), С25С 1/00,

- C22C 33/02 (2006.01), Заявл. 06.12.2012, Бюл. №9, 2013 р Опубл. 13.05.2013.
229. Panasyuk O. Powdercompositesoftmagneticmaterials / O. Panasyuk, V. Maslyuk, V. Lulko [et al.] // Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress&Exibition EuroPM2007, 2007. – 1 (3). – Toulouse, France.– P. 347-351.
230. Panasyuk O. Influence of the type of deformation treatment on the formation of the magnetic properties of iron-based powder materials / O. Panasyuk, G. Baglyuk, V. Kurovskii // Proceedings of the Euro International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, Euro PM 2008, Shrewsbury, [England](#), 2008. – №3. – P. 223-226.
231. Minitsky A. Astudyofthestructure and properties of materials based on an iron – copper composite powder / Minitsky A. BybaYe., MinitskaN. andRadchuk S. // Eastern-european Jornal of enterprise technologies, 2019. – № 2/12 (98). – P. 44–55.
232. Лякишев Н.П. Диаграммы состояния двойных металлических систем / Лякишев Н.П. // Справочник в 3 т. Москва. Машиностроение, 1997. – Т.2.– 241 с.
233. Мініцький А.В. Магнітні та фізико-технологічні властивості залізного порошку з кобальт-фосфорним покриттям / Мініцький А.В., Власова О.В., Панасюк О.А. // Металознавство та обробка металів, 2009. – №3. – С.48-52.
234. Мініцький А.В. Магнітно-м'які матеріали на основі композиційних залізних порошків для роботи у змінних полях / Мініцький А.В., Власова О.В., Панасюк О.А. // Металознавство та обробка металів, 2012. – №1. –С.27-33.
235. СамодуроваМ.Н. Основные уравнения континуальной теории уплотнения порошков с особыми свойствами / М.Н. Самодурова, Л.А.

- Барков, В.А. Иванов, Б.А. Яров. // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия», 2013. – том. 13, №2. – С. 65 – 70.
236. Кунин И.А. Теория упругих сред с микроструктурой. Нелокальная теория упругости / Кунин И.А. // М.: Наука, 1975. – 415 с.
237. Бальшин М.Ю. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна / Бальшин М.Ю. // М.: Металлургия, 1972. – 336 с.
238. Жданович Г.М. Теория прессования металлических порошков / Жданович Г.М. // М. Металлургия, 1969. – 264 с.
239. Штерн М.Б. Феноменологические теории прессования порошков / Штерн М.Б., Сердюк Г.Г., Максименко Л.А. [и др.] // К.: Наукова думка, 1982. – 140 с.
240. Мартынова И.Д. Физические особенности пластической деформации пористых тел. Реологические модели и процессы деформирования пористых порошковых и композиционных материалов / Мартынова И.Д. // К.: Наук. думка, 1985. – С. 98–105.
241. Миницкий А.В. Резервы уплотняемости порошка железа / Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. // Науковий вісник ХДМА, 2016.– №1(14). – С. 111–117.
242. Лобанов Л.М. Определение остаточных напряжений в элементах конструкций на основе применения электронной спекл-интерферометрии и метода конечных элементов / Лобанов Л.М., Пивторак В.А., Савицкий В.В. и Ткачук Г.И. // Техническая діагностика и неразрушающий контроль, 2006.– №4. – С. 15 – 19.
243. Лобода П.І. Рентгеноструктурний аналіз матеріалів у дисперсному стані [Текст] : навч. посіб. / П.І. Лобода, О.П. Карасевська, І.Ю. Троснікова. – Київ. :Центручбової літератури, 2017. – 140 с.
244. Васильев М.А. Микроструктура и механические свойства металлов и сплавов, деформированных в жидком азоте (обзор) / Васильев М.А.,

- Волошко С.М., Яценко Л.Ф. // Успехи физики металлов, 2012. – т. 13.– С. 313 – 343.
245. Лебедев А.А. Деформирование и прочность легированных сталей при низких температурах в условиях сложного напряженного состояния / Лебедев А.А., Ламашевский В.П., Маковецкий И.В. // Проблем прочности, 2010. – №4. – С. 28 – 37.
246. Лаптев А.М. Влияние графита и стеарата цинка на напряжение выпрессовки и прочность порошковых заготовок состава железо-медь-графит / Лаптев А.М., Малыхин Е.А., Попивненко Л.В. // Вісник Донбаської державної машинобудівної академії, 2006. – №1 (3). – С. 125–128.
247. Мініцький А.В. Вплив технологічних факторів на процес допресовки порошкових брикетів на основі заліза / Мініцький А.В., Сосновський Л.О., Лобода П.І. // Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк, 2016.–№56. – С. 40–43.
248. Мініцький А.В. Вплив зовнішнього контактного тертя на процес допресовки порошкових матеріалів на основі заліза / Мініцький А.В., Сидоренко Б.О., Бесарабець Ю.Й.// Проблем тертя та зношування, 2016. – №1 (70). – С. 150–154.
249. Миницкий А.В. Допрессовка брикетов из смесей на основе порошка железа / Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. // Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк, 2016. –№54. – С. 220–225.
250. Федорченко И.М. Композиционные спеченные антифрикционные материалы / Федорченко И.М., Пугина Л.И. // К.: Наукова думка, 1980.– 404 с.

251. Minitskii, A.V. The Infiltration of Lubricants into a Porous Briquette, When Compacting / Minitskii, A.V., Loboda, P.I. // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – Vol. 55. – Issue 11-12. – 1 March 2017. – P. 640-643.
252. Зозуля В.Д. Смазки для спеченных самосмазывающихся подшипников / Зозуля В.Д. // К.: Наук. думка, 1976. – 192 с.
253. Кокорин В.Н. Теория и практика процесса прессования гетерофазных увлажненных механических смесей на основе железа / В.Н. Кокорин, А.И. Рудской, В.И. Филимонов и др. – Ульяновск: УлГТУ, 2012. – 236 с.
254. Jerzy R. Discrete element simulation of powder compaction in cold uniaxial pressing with low pressure // Jerzy Rojek, Szymon Nosewicz, Kamila Jurczak et al. // Computational Particle Mechanics, Springer, 2016. – Vol. 3. – № 4. – P. 513-524.
255. Степанов О.В. Комп'ютерне моделювання етапу пружної деформації при пресуванні порошкових об'єктів / Степанов О.В., Мініцький А.В., Река В.В. // Тр. Міжнародн. Науково-технічної конференції «Матеріали для роботи в екстремальних умовах», Київ, 2017.
256. Ландау Л.Д. Теория упругости / Ландау Л.Д., Лившиц Е.М. // М.: Наука, 1987. – 246 с.
257. ГОСТ 25280-90 (СЭВ 6741-89, ИСО 3927-77) Порошки металлические. Метод определения уплотняемости. Изд. 01.07.1991
258. Minitskii, A.V. Alternative Method for Determining Compressibility of Powder Systems / Minitskii, A.V., Loboda, P.I. // Powder Metallurgy and Metal Ceramics Vol. 56. – Issue 7-8 December 2017. – P. 424–429.
259. Removal of organic acid based binders from powder metallurgy compacts: Пат. 6319459 США, МПК⁷ В 22 F 3/24, Kemet Electronics Corp., Melody Brian John, Kinard John Tony, Moore Keith Lee, Wheeler David Alexander. №9/419893; Заявл. 18.10.1999; Опубл. 20.11.2001; НПК 419/26

260. Радомысельский И.Д. Пресс-формы для порошковой металлургии. Расчет и конструирование / Радомысельский И.Д., Печентковский Е.Л., Сердюк Г.Г. // К.: «Техніка», 1970. – 172 с.
261. Дмитриев А.М. Кузнечно-штамповочное оборудование. Ч.1. Специализированные прессы для инновационных процессов обработки материалов давлением: учеб. для вузов / А.М. Дмитриев, Ф.В. Гречников, Н.В. Коробова. – Самара: Изд-во Самар. гос. аэрокосм. ун-та, 2012. – 165 с.
262. Буров А.М. Разработка технологии прессования длинномерных пористых порошковых изделий на пресс-автоматах / Буров А.М., Скороход Г.Е. // Известия Волгоградского государственного технического университета, 2008. – №2, том 10. – С. 72–74.
263. Воробьев Б.Я. Особенности холодного прессования высокоплотных конструкционных изделий из титановых сплавов / Воробьев Б.Я., Глебов М.Т., Олесов Ю.Г., Дрозденко В.А. // К.: Конструкционные материалы и оборудование, 1976. – С. 60 – 62.
264. Ивасишин О.М. Производство титановых сплавов и деталей экономичным методом порошковой металлургии для широкого масштабного промышленного применения / Ивасишин О.М., Саввакин Д.Г., Бондарева К.А. [и др.] // Наука та іновації, 2005. – т.1, №2. – С. 44 – 57.
265. Сметкин А.А. Тенденции развития процессов получения титановых материалов методом порошковой металлургии / Сметкин А.А. // Весник ПНІПУ Машиностроение, матеріалознавство, 2013. – т. 15, №3. – С. 26 – 32.
266. Александров В.М. Анализ производства и использования порошков титана в технологии порошковой металлургии / Александров В.М.,

- Калиниченко М.Л. // Сб. докладов 9-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка.– Минск, 2015. – С. 258 – 267.
267. Ястребинская А.В. Использование гидридсодержащих композитов для защиты ядерных реакторов от нейтронного излучения / Ястребинская А.В., Матюхин П.В., Павленко З.В.[и др.] // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований – № 12, 2015. – С. 987 – 990.
268. Minitskii A.V.Pressing of long-length pellets from titanium hydride powder / Minitskii A.V., Loboda P.I.//Powder Metallurgy and Metal Ceramics. –Vol. 57. – Nos. 3-4. – July 2018. – P. 138-143.
269. Миницкий А.В. Определение возможности изготовления вертикальным прессованием длинномерных заготовок из порошка гидрида титана / Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. //Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк, 2015. – №50. – С. 133–136.
270. Бякова А.В. Влияние деформации в условиях квазигидростатического сжатия на структуру и механические свойства гидрида титана / Бякова А.В., Власов А.А., Кизь А.П. [и др.] // Материаловедение, 2011. – №2. – С. 22-30.
271. Самсонов Г.В. Прессуемость порошков боридов, карбидов и нитридов тугоплавких металлов / Самсонов Г.В., Нешпор В.С. // Доклады Академии наук СССР, 1955. – т. 104, №3. – С. 405 – 408.
272. Скороход В.В. Порошковые материалы на основе тугоплавких соединений / Скороход В.В. // К.: Техніка, 1982. – 167 с.
273. Миницкий А.В. Прессование твердосплавных смесей / Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Лобода П.И. // 6-я Международная конференция

- «Материаловедение тугоплавких соединений и композитов», 22-24 мая, 2018, Київ, Україна.
274. Реут О.П. Сухое изостатическое прессование изделий из порошка/ О.П. Реут, Л.С. Богинский, Е.Е. Петюшик. - Минск: Дэбор, 1998. – 258 с.
 275. НарваВ.К. Функциональные порошковые наноматериалы/ НарваВ.К., ПановВ.С. //Учебно-методический комплекс: В 4 т.: Т.2. – М.: РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2010. – 148 с.
 276. Фрадкин В.Древесина: материал будущего/ Фрадкин В. // М.:Знания и техника. 2003. – 167 с.
 277. Скориданов Р.В. Древесина с прочностью стали / Скориданов Р.В. //Лесной журнал, 2004. – Вып. 6(160). – С 5-7.
 278. Миницкий А.В. Використання деревини в якості оболонки для сухого ізостатичного пресування / Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Божко А.В. //Восточно-Европейский журнал передовых технологий, 2014. – № 2. – С. 44–47.
 279. Попильский Р.Я. Прессование керамических порошков / Попильский Р.Я., Кондрашов Ф.В. // М.: Metallurgy, 1968. – 272 с.
 280. Сазонов К.Е. Материаловедение. Свойства материалов. Методы испытаний. Лед и снег / Сазонов К.Е. // Уч. Пособие. Санкт-Петербург: Российский государственный гидрометеорологический университет, 2007. – 195 с.
 281. Маено Н. Наука о льде: пер. с яп. / Маено Н. // М.: Мир, 1988. – 231 с.
 282. Minitskii A.V.Encapsulation of Powder Mixtures with Frozen Fluids by Pressing / Minitskii A.V., Sosnovsii L. A., Loboda P.I., Kvitkovskii D.D.// Powder Metallurgy and Metal Ceramics. –Volume 58. – Nos.3-4. – July 2019. – P. 243–247.

283. Спосіб виготовлення капсульованих порошкових брикетів: пат. України №100664, МПК В22F/02 (2006.01). Мініцький А.В., Сосновський Л.О., Лобода П.І., Вольфман В.І; опубл. 10.08.2015, бюл. № 15
284. Лившиц Л. Д. Сжимаемость / Лившиц Л. Д. // Физическая энциклопедия. – Гл. ред. А. М. Прохоров. — М.: Большая Российская энциклопедия, 1994.— Т. 4. — С. 492-493. — 704 с. — 40 000 экз. — [ISBN 5-85270-087-8](#).
285. Gaoyuan O. Review of Fe-6.5 wt%Si high silicon steel —A promising soft magnetic material for sub-kHz application / Gaoyuan Ouyang, Xi Chen, Yong Feng Liang [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – Vol. 481.– 1 July 2019. – P. 234-250.
286. Гнесин Г.Г. Спеченные материалы для электротехники и электроники: справочник / Г.Г. Гнесин, В.А. Дубок, Г.Н. Братерская [и др.] // М.: Металлургия, 1981. – 344 с.
287. Кузнецов И.А. Физико-механические свойства и структура порошковых материалов системы Fe-Si // И.А. Кузнецов, Г.А. Дорогина, Э.С. Горкунов [и др.] // Физика металлов и материаловедение, 2006. –Т. 101. – № 3.– С. 272-279.
288. Ворошнин Л.Г. Химико-термическая обработка металлокерамических материалов / Ворошнин Л.Г., Ляхович Л.С., Ловшенко Л.Г., Протасевич Г.Ф. // Минск, «Наука и техника», 1977. – 272 с.
289. Сосновский Л.А. Исследование особенностей прессования и вакуумного спекания порошковой смеси железо-кремний / Сосновский Л.А., Власова О.В., Миницкий А.В. // Электрические контакты и электроды: Труды Института пробл. Материаловедения И.Н. Францевича НАН Украины.— К.: Серия «Композиционные, слоистые и

- градиентные материалы и покрытия». Редкол. Гречанюк Н.И. (отв.ред) и др., 2018.— С.89–98.
290. Залкин В.М. Природа эвтектических сплавов и эффект контактного плавления / Залкин В.М. // М.: Металлургия, 1987. – 152 с.
291. Миницкий А.В. Процессы вторичного уплотнения брикетов на основе порошка железа / Миницкий А.В., Сосновский Л.А., Быков А.И. и Лобода П.И. // Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк, 2017.— №58. – С. 248–254.
292. Гольдштейн М.И. Специальные стали/ Грачев С.В., Векслер Ю.Г. // - М.: Металлургия, 1985. - 408 с.
293. Рябичева Л.А. Исследование свободной осадки порошковых медно-титановых материалов / Л. А. Рябичева, О.П. Гапонова // Наукові праці ДонНТУ. Металургія.— 2008.— Вип. 10 (141).— С. 236–240.
294. Лукашкин Н.Д. Выбор технологических параметров при осадке спеченных заготовок из металлических порошков / Кохан Л.С., Роберов И.Г., Кондрашов А.А. // Технология металлов. — М. Наука и технологии, 2005. – №7. – с. 22-25.
295. Лукашкин Н.Д. Теория обработки давлением скомпактированных спеченных металлических порошков / Кохан Л.С, Роберов И.Г. // М.: МГВМИ, 2005. – 311с.
296. Гурских А.В. Поведение спеченной алюминиевой бронзы // Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение, 2018. – т. 20, №1. – С. 18–26
297. Миницкий А.В. Вплив технологічних параметрів на процес вільної осадки порошкових матеріалів на основі залізу / Сосновский Л.А., Лобода П.И., Бесарабець Ю.Й. // Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк, 2019.—№65. – с. 183–188

298. Бякова А. В. Влияние деформации в условиях квазигидростатического сжатия на структуру и механические свойства гидрида титан // Материаловедение. - 2011. - N 2. - С. 22-30.
299. Игнатович С.Р. Универсальный микроиндентометр «Микрон-гамма» / Игнатович С.Р., Закиев И.М. // Национальный авиационный университет. – 2011. – Т. 77, №1. С. 61–67
300. Миницкий А.В. Горячая свободная ковка порошковых брикетов на основе железа /Миницкий А.В., Лобода П.И., Евич Я.И., Закиев И.М. // Порошкова металургія, 2020. – №5/6. – С. 68 – 75.
301. Подрезов Ю.Н. Роль сдвиговых деформаций в консолидации порошковых материалов /Подрезов Ю.Н., Вербило Д.Г., Евич Я.И // Физика и техника высоких давлений, 2014. – Т. 24, № 1. – С. 98-109.
302. Штерн М.Б. Механічні та комп'ютерні моделі консолідації гранульованих середовищ на основі порошків металів і кераміки при деформуванні та спіканні / Штерн М.Б., Рудь В.Д. // Монографія. – Луцьк: РВВ ЛНТУ, 2009. – 287 с.
303. Фук Д.В. Моделирование процесса осадки порошкового материала в оболочке /Фук Д.В., Цеменко В.Н., Ганин С.В. // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета, 2015. – 3 (226). – С. 30 – 39.
304. Баглюк Г.А. Вплив схем деформації на напружено-деформований стан пористої заготовки при штампуванні кільцевих поковок з порошкових матеріалів /Баглюк Г.А., Кирилюк С. Ф. // XI Міжнародна науково-технічна конференція «Ресурсозбереження та енергоефективність процесів та обладнання обробки тиском в машинобудуванні та металургії», присвячена 90-річчю заснування кафедри обробки металів тиском, 20–22 листопада, 2019, Харків, Україна. – С. 26 – 27 .

305. Baglyuk G.A. Method of permeable elements for simulation of powder metals forming processes / Baglyuk G.A. // *Machines. Technologies. Materials*, 2019. – Vol. 13. – Issue 9. – P. 376 – 379.
306. Khoei A.R. Computational Plasticity in Powder Forming Processes / Khoei A.R. // Elsevier Science, 2005. – P. 449.
307. Minitsky A. Free Hot Forging Of Powder Iron-Based Materials/ Minitsky A., Loboda P. // 6-th International Conference “HighMathTech 2019” October 28-30, 2019, Kyiv, Ukraine. – P.93.
308. Мініцький А.В. Горяча вільна ковка порошкових матеріалів / Мініцький А.В., Лобода П.І., Биба Є.Г. // XIV Міжнародної науково-технічної конференції «Нові сталі і сплави і методи їх оброблення для підвищення надійності та довговічності виробів», 8–10 жовтня, 2019 Запоріжжя.
309. Мініцький А.В. Застосування вільної гарячої ковки для створення композитів із відходів металообробки / Мініцький А.В., Лобода П.І., Мініцька Н.В. // XI Міжнародна науково-технічна конференція «Ресурсозбереження та енергоефективність процесів та обладнання обробки тиском в машинобудуванні та металургії», присвячена 90-річчю заснування кафедри обробки металів тиском, 20–22 листопада, 2019, Харків.– С. 100.
310. Неижко И. Г. Термическая обработка чугуна / Неижко И. Г. // К.: Наук. думка, 1992. – 208с.
311. Чудина О.В. Поверхностное легирование железоуглеродистых сплавов с использованием лазерного нагрева / Чудина О.В. // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 1994. – №12. – С.27–31.

312. Зуев И.В. Обработка материалов концентрированными потоками энергии / Зуев И.В. // Учеб. пособие для спец. «Машины и технологии высокоэффективных процессов обработки», 1998. – М.: МЭИ. – 162 с.
313. Мініцький А.В. Поверхнєве термічне оброблення порошкових залізовуглецевих сплавів / Мініцький А.В., Сисоєв М.О. // Металознавство та обробка металів, 2015. – №1. – С. 30–34.
314. Мініцький А.В. Вплив часу поверхнєвого термічного оброблення на структуру порошкових залізовуглецевих сплавів / Мініцький А.В., Сисоєв М.О., Мініцька Н.В. // Металознавство та обробка металів, 2016. – №1. – С. 3–6.
315. Охрименко О.О. Поверхнєве зміцнення порошкових залізовуглецевих сплавів / Охрименко О.О., Мініцький А.В., Сисоєв М.О., Мініцька Н.В. // Збірник наукових праць УкрДУЗТ, 2018. – №176. – С. 30–35.
316. Loboda P.I. Effect of the Porous Skeletal Iron Structure on the Infiltration of Aluminum Melts / Loboda P.I., Minitsky A.V., Byba Ye.G. [et al.] // Powder Metallurgy and Metal Ceramics Volume 58. – Nos.11-12. – March 2020. – P. 651–657. <https://doi.org/10.1007/s11106-020-00121-0>.
317. Loboda P.I. Creation Of Composition Materials Based On Porous Iron Frameworks Obtained By 3d Printing / Loboda P.I., Minitsky A.V., Byba Ye.G., Sysoev M.O. // 6-th International Conference “HighMathTech 2019” October 28-30, 2019, Kyiv, Ukraine. – P.124.
318. Khomenko A.I. Microstructural analysis software package / Khomenko A.I., Khomenko E.V. // Powder Metallurgy and Metal Ceramics, January 2007. – Vol. 46. – Issue 1–2. – P. 100–104.
319. Гуляев А.П. Металловедение / Гуляев А.П. // М.: Металлургия, 1986 г. – 541 с.

320. Федюкин В.К. Термоциклическая обработка металлов и деталей машин / Федюкин В.К., Смагоринский М.Е. // Л.: Машиностроение, 1989. – 255 с.
321. Самсонов Г.В. Свойства элементов / Самсонов Г.В. // Справочник М.: Металлургия, 1976. – 600 с.
322. Dong L.L. Recent progress in development of tungsten-copper composites: Fabrication, modification and applications / Dong L.L., Ahangarkani M., Chen W.G., Zhang Y.S. // Refractory Metals and Hard Mater, 2018. – 75. – P.30–42.
323. Muller A.V. Melt infiltrated tungsten–copper composites as advanced heat sink materials for plasma facing components of future nuclear fusion devices / Muller A.V., Ewert D., Galatanu A. Milwich [et al.] // Fusion Engineering and Design, 2017. – 124. – P.455–459.
324. Zhao P. Fabrication of W–Cu functionally graded material with improved mechanical strength / Zhao P., Guo S., Liu G., Chen Y., Li J. // J. Alloys Compd, 2014. – 601. – P. 289–292.
325. Montealegre-Melendez I. Analysis of the Influence of Starting Materials and Processing Conditions on the Properties of W/Cu Alloys / Montealegre-Melendez I., Arevalo C., Perez-Soriano E.M. // Materials, 2017. – 10. – P.142–149.
326. Chen X. Explosive compact-coating of tungsten–copper alloy to a copper surface / Chen X., X. Li, H. Yan, X. Wang, Y. Miao // Materials Research Express, 2017. – 4. – P.138–147.
327. Епифанцева Т.А. Влияние объемной доли и дисперсности вольфрамовых частиц на электрическое сопротивление гетерогенного материала на медной основе / Епифанцева Т.А., Власова О.В., Солонин Ю.М. [и др.] // Электрические контакты и электроды: Труды Института пробл. Материаловедения И.Н. Францевича НАН Украины.

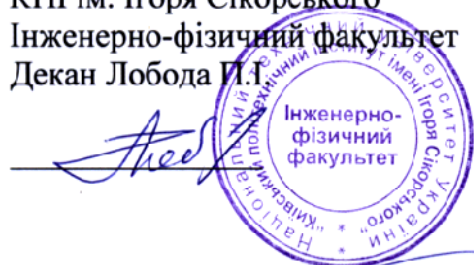
- Серия «Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия». Ред. кол. Гречанюк Н.И. (отв. ред.) и др.— Киев, 2018.— С. 99–107.
328. Hamidi A.G. Tungsten-copper composite production by activated sintering and infiltration / Hamidi A.G., Arabi H., Rastegari S. // *Refractory Metals and Hard Mater*, 2011. – 29. – P.538–541.
329. Duan L. Thermal properties of W-Cu composites manufactured by copper infiltration into tungsten fiber matrix /Duan L., Lin W., Wang J. [et al.]// *Refractory Metals and Hard Mater*, 2014. – 46. – P. 96–100.
330. Еременко В.Н. Растворимость вольфрама в медно-никелевых расплавах /Еременко В.Н., Минакова Р.В., Чураков М.М. // *Порошковая металлургия*, 1977. – №4.– С. 55–58.
331. Найдич Ю.В. Исследование процесса уплотнения при жидкофазном спекании под давлением в системе вольфрам–медь /Найдич Ю.В., Лавренко И.А., Евдокимов В.А. // *Порошковая металлургия*, 1974. – №1.–С.34–39.
332. Мініцький А.В. Розробка вольфрамідних сильноточних контактів на основі відходів металообробки /Мініцький А.В., Биба Є.Г., Мініцька Н.В., Власова О.В., Ведель Д.В.// *Металознавство та обробка металів*, 2019. – №4.– С.53 – 60.
333. Мініцький А.В. Закономірності структуроутворення порошкових сплавів на основі міді електротехнічного призначення /Мініцький А.В., Власова О.В., Мініцька Н.В. // *Металлофізика и новейшие технологии*, 2011 – т. 33. – С. 315–321.
334. Буткевич Г.В. Электрическая эрозия сильноточных контактов и электродов /Буткевич Г.В., Белкин Г.С., Вещенков Н.А., Жаворонков М.А. // М.: Энергия, 1978. – 256 с.

ДОДАТОК А

Акт випробувань

Ми, що нижче підписалися, склали цей акт про те, що Інженерно-фізичний факультет разом з ТОВ «Стілетто Україна» провели вогневі випробування твердосплавних осердь, виготовлених інженерно-фізичним факультетом, двох типорозмірів: $\varnothing=6\text{мм}$, $L=18,5\text{мм}$; $\varnothing=6\text{мм}$, $L=22,2\text{мм}$. Результати випробувань показали, що твердосплавні осердя за своїми характеристиками можуть застосовуватись для виробництва бронебійних боєприпасів стрілецької зброї калібром 7,62мм.

КПІ ім. Ігоря Сікорського
Інженерно-фізичний факультет
Декан Лобода П.І.



ТОВ «Стілетто Україна»
Головний конструктор
Калачов О.І.



доцент Білик І.І.
доцент Мініцький А.В.
доцент Сисоєв М.О.
доцент Біба Є.Г.
старший викладач Троснікова І.Ю.

ДОДАТОК Б

«ЗАТВЕРДЖУЮ»

Директор ТОВ «ІНТЕР-КОНТАКТ-ПРІОР»



С.О. Сахненко

« 28 січня 2020 р.

АКТ

**випробувань виробів із порошкових матеріалів електротехнічного
призначення на основі композиційного матеріалу вольфрам-мідь**

Даний акт складений про те, що на базі ТОВ "ІНТЕР-КОНТАКТ-ПРІОР" в період з 02 по 28 січня 2020 року було проведено випробування електричних розривних контактів на основі композиційного матеріалу вольфрам-мідь, розроблених інженерно-фізичним факультетом КПІ ім. Ігоря Сікорського.

Ерозійну стійкість матеріалу визначали на стенді за втратою маси при різних кількості циклів. Випробування електричної ерозії проводили на повітрі при струмі 3кА при відстані між електродами 2 мм.

Результати випробувань наведено в таблиці.

Таблиця – Випробування ерозійної стійкості композиту на основі вольфрам-мідь

Кількість циклів	10	20	30	40	50
Втрата ваги, г					
Розроблений	0,4531	0,9024	1,7361	2,4253	2,7852
МВ70	–	1,1012	–	2,5791	2,9845

Висновок:

Випробування показали, що розроблений композиційний матеріал має ерозійну стійкість (втрату ваги при впливі електричної дуги на контакт), за різної кількості циклів (від 10 до 50), на рівні стандартних псевдосплавів типу МВ70, які мають таке ж співвідношення між вольфрамом та міддю, а саме 70/30.

ТОВ "Інтер-Контакт-Пріор", Головний інженер

О.С. Богатов

ТОВ "Інтер-Контакт-Пріор", Провідний інженер

А.В. Альошина

КПІ ім. Ігоря Сікорського

Інженерно-фізичний факультет, Декан

П.І. Лобода

КПІ ім. Ігоря Сікорського

Інженерно-фізичний факультет, Доцент

А.В. Мініцький

КПІ ім. Ігоря Сікорського

Інженерно-фізичний факультет, Доцент

С.Г. Бібє